

**ЕВРАЗИЙСКИЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ  
(EACC)**

**EURO-ASIAN COUNCIL FOR STANDARTIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION  
(EASC)**

---



**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ  
СТАНДАРТ**

**ГОСТ**

*(проект, ВУ,  
первая редакция)*

---

**МАТЕРИАЛЫ РАЗЛИЧНОГО СОСТАВА.  
МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ УРОВНЯ МИГРАЦИИ ВИНИЛАЦЕТА,  
ВЫДЕЛЯЕМОГО ИЗ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ТЕКСТИЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ И  
ПОЛИМЕРОВ НА ОСНОВЕ ВИНИЛАЦЕТА, В ВОДНЫЕ И  
ВОЗДУШНУЮ СРЕДЫ**

*Настоящий проект стандарта не подлежит применению до его принятия*

**Минск  
Госстандарт Республики Беларусь  
20\_\_**

## **Предисловие**

Евразийский совет по стандартизации, метрологии и сертификации (ЕАСС) представляет собой региональное объединение национальных органов по стандартизации государств, входящих в Содружество Независимых Государств. В дальнейшем возможно вступление в ЕАСС национальных органов по стандартизации других государств.

Цели, основные принципы и порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения», ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Порядок разработки, принятия, применения, обновления и отмены».

## **Сведения о стандарте**

1 РАЗРАБОТАН Научно-исследовательским институтом гигиены, токсикологии, эпидемиологии, вирусологии и микробиологии государственного учреждения «Республиканский центр гигиены, эпидемиологии и общественного здоровья»

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Евразийским советом по стандартизации, метрологии и сертификации, (протокол № от 20 \_\_\_\_ г.)

За принятие стандарта проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004 – 97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004 – 97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации

4 Настоящий стандарт разработан на основе методики измерений АМИ.МН 0111-2023 «Массовая концентрация винилацетата, выделяемого из изделий из текстильных материалов и полимеров на основе винилацетата, в водных и воздушной средах. Методика измерений методом газовой хроматографии»

## **5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ**

*Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.*

*В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты».*

Исключительное право официального опубликования настоящего стандарта на территории указанных выше государств принадлежит национальным (государственным) органам по стандартизации этих государств

## **Содержание**

1	Область применения .....
2	Нормативные ссылки .....
3	Термины, определения и сокращения.....
4	Принцип метода .....
5	Средства измерений, вспомогательные устройства, испытательное и лабораторное оборудование, лабораторная посуда, реактивы.....
6	Требования безопасности .....
7	Требования к квалификации оператора.....
8	Условия выполнения измерений .....
9	Подготовка к выполнению измерений .....
10	Проведение измерений .....
11	Обработка результатов измерений .....
12	Форма представления результатов измерений.....
13	Контроль точности результатов измерений.....
14	Метрологические характеристики метода.....
	Приложение А (справочное) Информация о технических регламентах и (или) нормативных правовых актах, действующих на территории государства – участника Соглашения, в котором введен в действие настоящий стандарт .....
	Приложение Б (обязательное) Алгоритм расчета и оценивания неопределенности измерений массовой концентрации винилацетата в водных вытяжках ...
	Приложение В (обязательное) Алгоритм расчета и оценивания неопределенности измерений массовой концентрации винилацетата в воздушной вытяжке .....
	Библиография.....

# МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

## МАТЕРИАЛЫ РАЗЛИЧНОГО СОСТАВА. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ УРОВНЯ МИГРАЦИИ ВИНИЛАЦЕТАТА, ВЫДЕЛЯЕМОГО ИЗ ИЗДЕЛИЙ ИЗ ТЕКСТИЛЬНЫХ МАТЕРИАЛОВ И ПОЛИМЕРОВ НА ОСНОВЕ ВИНИЛАЦЕТАТА, В ВОДНЫЕ И ВОЗДУШНУЮ СРЕДЫ

Materials of various composition.

Methods of determining the level of migration of vinyl acetate, allocated from textile materials and vinyl acetate-based polymers into water and air environments

Дата введения<sup>1</sup> –

### 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методы определения винилацетата, выделяемого из изделий из текстильных материалов и полимеров на основе винилацетата, в водные среды (далее – водные вытяжки) в диапазоне концентраций от 0,10 до 0,50 мг/дм<sup>3</sup> и в воздушную среду (далее – воздушную вытяжку) в диапазоне концентраций от 0,075 до 0,300 мг/м<sup>3</sup> методом газовой хроматографии.

### 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ 12.1.004 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.030 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Защитное заземление, зануление

ГОСТ 12.4.021 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ OIML R 76-1 Государственная система обеспечения единства измерений. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 3022 Водород технический. Технические условия

ГОСТ ISO 3696 Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы контроля

ГОСТ 4166 Реактивы. Натрий сернокислый. Технические условия

# **ГОСТ**

(проект, ВУ, первая редакция)

ГОСТ ИСО 5725-3-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 3. Промежуточные показатели прецизионности стандартного метода измерений

ГОСТ ИСО 5725-6-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

ГОСТ 6709 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9293 (ИСО 2435-73) Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ ISO/IEC 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ 17433 Промышленная чистота. Сжатый воздух. Классы загрязненности

ГОСТ 25336 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 29227 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 30255 Мебель, древесные и полимерные материалы. Метод определения выделения формальдегида и других вредных летучих химических веществ в климатических камерах

ГОСТ 34100.3/ISO/IEC Guide 98-3 Неопределенность измерения. Часть 3. Руководство по выражению неопределенности измерения

**П р и м е ч а н и е –** При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов (и классификаторов) на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации ([www.easc.by](http://www.easc.by)) или по указателям национальных стандартов, издаваемым в государствах, указанных в предисловии, или на официальных сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации. Если на документ дана недатированная ссылка, то следует использовать документ, действующий на текущий момент, с учетом всех внесенных в него изменений. Если заменен ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, то следует использовать указанную версию этого документа. Если после принятия настоящего стандарта в ссылочный документ, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение применяется без учета данного изменения. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

## **3 Термины и определения**

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

**3.1 предел количественного определения;** LOQ: Наименьшее значение массовой концентрации определяемого соединения в анализируемой пробе, которое может быть измерено с установленной точностью в соответствии с настоящим стандартом.

**3.2 диапазон измерений:** Область значений массовой концентрации соединения в анализируемой пробе, определяемая по настоящему стандарту.

## **4 Принцип метода**

Определение винилацетата в водных и воздушной вытяжках выполняют методом газовой хроматографии.

Принцип метода определения винилацетата основан на извлечении винилацетата из водных вытяжек газовой экстракцией при нагревании пробы в замкнутом объеме, газохроматографическом анализе равновесной паровой фазы с использованием двух

параллельных кварцевых капиллярных колонок, идентификации винилацетата по временам удерживания на двух каналах пламенно-ионизационных детекторов (ПИД) и количественном определении методом абсолютной градуировки.

Принцип определения винилацетата основан на извлечении винилацетата из воздушной вытяжки твердым сорбентом, его термической десорбции и определении с использованием двух параллельных кварцевых капиллярных колонок, идентификации винилацетата по временам удерживания на двух каналах ПИД и количественном определении методом абсолютной градуировки.

Колонка-1 – кварцевая капиллярная колонка длиной 60 м, внутренним диаметром 0,53 мм, со слоем неподвижной жидкой фазы карбовакс 20М, толщиной 1,0 мкм (например, ZB-Wax) (далее – колонка-1).

Колонка-2 – кварцевая капиллярная колонка длиной 60 м, внутренним диаметром 0,53 мм, со слоем неподвижной жидкой фазы – 6%-ный цианопропил-фенил – 94%-ный диметилполисилоксан толщиной 3,0 мкм (например, DB-624) (далее – колонка-2).

Пик на канале ПИД-1 (колонка-1) имеет статус подтверждающий, на канале ПИД-2 (колонка-2) – статус основной.

Предел количественного определения (LOQ) винилацетата в водных вытяжках составляет 0,10 мг/дм<sup>3</sup>, в воздушной вытяжке – 0,075 мг/м<sup>3</sup>.

## **5 Средства измерений, вспомогательные устройства, испытательное и лабораторное оборудование, лабораторная посуда, реактивы**

### **5.1 Средства измерений**

5.1.1 Хроматограф газовый, оснащенный двумя ПИД, линейный динамический диапазон не менее 10<sup>7</sup>, относительное среднеквадратичное отклонение выходного сигнала не более 2 %, в комплекте с дозатором равновесного пара (ДРП).

5.1.2 Хроматограф газовый, оснащенный двумя ПИД, линейный динамический диапазон не менее 10<sup>7</sup>, относительное среднеквадратичное отклонение выходного сигнала не более 2 %, в комплекте с термодесорбером двухстадийным автоматическим (далее – термодесорбер).

5.1.3 Весы лабораторные электронные специального класса точности по ГОСТ OIML R 76-1 с пределом взвешивания 200 г и пределами допускаемой абсолютной погрешности ±0,0005 г.

5.1.4 Термогигрометр, диапазон измерений температуры от 0 °C до плюс 60 °C, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±0,3 °C, диапазон измерений относительной влажности от 0 % до 98 %, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±3 %, диапазон измерений давления от 525 до 825 гПа, пределы допускаемой абсолютной погрешности ±1,9 гПа (например, ИВА-6Н\*).

5.1.5 Аспиратор с объемными расходами по каналам 1, 2 от 20 до 200 см<sup>3</sup>/мин с пределами основной приведенной погрешности задания объемного расхода в каждой точке ±5 % и основной относительной погрешностью измерения времени ±0,5 % (например, Хроматэк ПВ-2\*).

5.1.6 Камера климатическая, пределы допускаемого отклонения температур ±2,0 %, пределы допускаемого отклонения относительной влажности ±5,0 % (например, СМ 10/40 СФ\*).

---

\* Данная информация приведена для удобства пользователя настоящего стандарта и не является рекомендацией по использованию данной продукции.

5.1.7 Допускается применение других средств измерений с метрологическими характеристиками не хуже вышеуказанных.

## **5.2 Вспомогательные устройства, испытательное и лабораторное оборудование, лабораторная посуда**

5.2.1 Кварцевая капиллярная колонка длиной 60 м, внутренним диаметром 0,53 мм, со слоем неподвижной жидкой фазы из 6 % цианопропил-фенила и 94 % диметилполисилоксана толщиной 3,0 мкм (например, DB-624\*).

5.2.2 Кварцевая капиллярная колонка длиной 60 м, внутренним диаметром 0,53 мм, со слоем неподвижной жидкой фазы из полиэтиленгликоля, толщиной 1,0 мкм (например, ZB-Wax\*).

5.2.3 Универсальный Y-коннектор для соединения капиллярных колонок с деактивированным соединительным кварцевым капилляром с внутренним диаметром от 0,25 до 0,53 мм (или тройник).

5.2.4 Виалы для парофазного анализа, вместимостью 20 см<sup>3</sup>, с обжимными или винтовыми магнитными крышками и септами силикон/тефлон.

5.2.5 Микрошприц номинальной вместимостью 10 мм<sup>3</sup>, пределы допускаемой относительной погрешности не более ±1 %.

5.2.6 Трубка сорбционная комбинированная из нержавеющей стали с уплотнительными прокладками из политетрафторэтилена (три сорбента в одной трубке): Tenax GR 35/60, CarboPack B 60/80, Carbosieve SIII 60/80, длина 89 мм (3,5"), внешний диаметр 6,35 мм (0,25") (Возможно использование трубки, заполненной моносорбентом Tenax GR 35/60; для комбинированных трубок указываются данные всех сорбентов от начала к концу сорбционной трубки по направлению отбора. Конец трубки отмечен биркой).

5.2.7 Заглушка (колпачки для автоматического термодесорбера при установке трубок в лоток) (например, заглушка исполнения 214.6.433.075 латунь).

5.2.8 Заглушка для хранения сорбционных трубок (например, заглушка исполнения 214.6.433.091. Состоит из заглушки 214.8.632.092, гайки 214.8.930.172-02 и фторопластовой муфты 214.8.658.061).

5.2.9 Устройство ввода в сорбционную трубку (например, устройство ввода в сорбционную трубку 214.5.885.023 производства СКБ Хроматэк\*).

5.2.10 Десорбер (например, десорбер 214.5.886.045-02 (для трубок 6,35 мм)).

5.2.11 Фокусирующая ловушка для термодесорбера двухстадийного (например, ловушка исполнения 214.6.452.033-04 заполнение Tenax GR/CarboPack B/ Carbosieve SIII).

5.2.12 Эксикатор 1-250 по ГОСТ 25336.

5.2.13 Колбы мерные 2-10-2, 2-50-2, 2-100-2 по ГОСТ 1770.

5.2.14 Пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-1-2-5, 1-1-2-10 по ГОСТ 29227.

5.2.15 Трубка ТС-Т-6 или ТС-У-6 по ГОСТ 25336.

5.2.16 Холодильник бытовой с рабочим диапазоном температур от 2 °C до 8 °C (например, МХМ-1806-21\*).

5.2.17 Мерные цилиндры 1-1000-2, 1-2000-2 по ГОСТ 1770.

5.2.18 Допускается применение других вспомогательных устройств, испытательного и лабораторного оборудования с техническими характеристиками не хуже вышеуказанных.

---

\* Данная информация приведена для удобства пользователя настоящего стандарта и не является рекомендацией по использованию данной продукции.

### **5.3 Реактивы**

5.3.1 Винилацетат аналитический стандарт с массовой долей основного вещества не менее 99,0 % согласно сертификату анализа.

5.3.2 Натрий сернокислый безводный, химически чистый по ГОСТ 4166.

5.3.3 Спирт этиловый ректифицированный.

5.3.4 Воздух сжатый по ГОСТ 17433.

5.3.5 Водород технический по ГОСТ 3022.

5.3.6 Гелий газообразный высокой чистоты (сжатый) марки «6.0» по техническим нормативным правовым актам, действующим на территории государства – участника Соглашения о проведении согласованной политики в области стандартизации, метрологии сертификации от 13 марта 1992 г. (далее — Соглашение), в котором введен в действие настоящий стандарт.

**Примечание** – Информация о технических регламентах и (или) нормативных правовых актах, действующих на территории государства – участника Соглашения, в котором введен в действие настоящий стандарт, приведена в справочном приложении А.

5.3.7 Азот газообразный, особой чистоты, с объемной долей основного вещества не менее 99,996 % в баллонах с редуктором по ГОСТ 9293.

5.3.8 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

5.3.9 Уголь активный СКТ-4 (фракция с частицами размером 1–2 мм).

5.3.10 Допускается применение других реагентов и материалов, обеспечивающих выполнение измерений с требуемой точностью.

### **6 Требования безопасности**

При выполнении анализа необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реагентами по ГОСТ 12.1.007, требования электробезопасности по ГОСТ 12.1.030, а также требования, изложенные в технических документах на используемое оборудование и средства измерений.

Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004, быть оборудовано общей приточно-вытяжной вентиляцией в соответствии с ГОСТ 12.4.021.

Содержание вредных веществ в воздухе помещения лаборатории не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005.

### **7 Требования к квалификации оператора**

К выполнению измерений и обработке результатов могут быть допущены лица, имеющие высшее или среднее специальное образование, опыт работы в химической лаборатории и с газовым хроматографом. Оператор должен быть знаком с устройством хроматографа и операциями, проводимыми при выполнении измерений и обработке результатов.

---

\* - Данная информация приведена для удобства пользователя настоящего стандарта и не является рекомендацией по использованию данной продукции.

## 8 Условия выполнения измерений

При приготовлении растворов, подготовке проб и выполнении измерений соблюдают следующие условия окружающей среды:

- температура воздуха при работе от 15 °C до 25 °C;
- относительная влажность воздуха не более 80 % при температуре 20 °C.

## 9 Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы: подготовка средств измерений и вспомогательных устройств, приготовление растворов, установление градуировочной характеристики, отбор и подготовка проб к измерениям.

### 9.1 Подготовка к выполнению измерений при определении винилацетата в водных вытяжках

#### 9.1.1 Подготовка средств измерений и вспомогательных устройств

Подготовку хроматографа, ДРП, капиллярных колонок проводят в соответствии с эксплуатационными документами.

Кварцевые капиллярные колонки соединяют параллельно с одним испарителем с помощью специального тройника (п. 5.2.3), в котором поток газа-носителя делится пополам и попадает в две капиллярные колонки.

Кварцевые капиллярные колонки предварительно кондиционируют, не соединяя выходные концы колонок с детекторами, нагревая в терmostате хроматографа с программированием температуры от 50 °C до 230 °C со скоростью 10 °C/мин и выдерживая при этой температуре в течение 2 ч при объемном расходе газа-носителя от 3 до 5 см<sup>3</sup>/мин. Входы в детекторы при этом заглушают графитовыми прокладками.

После охлаждения терmostата колонок хроматографа выходные концы колонок подсоединяют к ПИД.

Устанавливают необходимый режим работы хроматографа. Условия хроматографирования и условия работы ДРП приведены в таблице 1.

Таблица 1 — Условия хроматографирования и условия работы ДРП

Условие	Значение
Параметры хроматографа	
Давление на входе в кварцевую капиллярную колонку (расход газа-носителя (гелий))	60 кПа
Сброс газа-носителя	8 см <sup>3</sup> /мин
Температура испарителя	250 °C
Температура детектора (ПИД)	250 °C
Объемный расход газа-носителя на поддув детектора	30 см <sup>3</sup> /мин
Объемный расход водорода	30 см <sup>3</sup> /мин
Объемный расход воздуха	300 см <sup>3</sup> /мин
Температура первого изотермического участка	40 °C
Длительность первого изотермического участка	7 мин
Скорость программирования температуры	5 °C /мин

Окончание таблицы 1

Условие	Значение
Температура второго изотермического участка	110 °C
Длительность второго изотермического участка	0 мин
Скорость программирования температуры	50 °C /мин
Температура третьего изотермического участка	220 °C
Длительность третьего изотермического участка	2 мин
<b>Параметры ДРП</b>	
Вспомогательный газ	Азот
Время терmostатирования виалы с пробой	40 мин (при встряхивании - 20 мин)
Температура терmostата виалы с пробой	80 °C
Температура переходной линии	145 °C
Температура манифолда	135 °C
Время уравновешивание давления	20 с
Избыточное давление в виале	0,70 бар
Время наполнения петли	20 с
Время установления равновесия в петле	5 с
Время инжекции	20 с
Объем вводимой дозы равновесного пара	от 1 до 3 см <sup>3</sup>
Общее время анализа	25,2 мин

Проверяют герметичность соединений с использованием программного обеспечения прибора.

Перед началом серии анализов следует убедиться в отсутствии следовых количеств анализируемых веществ в газовых магистралях ДРП и хроматографа при заглушенном обогреваемом трубопроводе ДРП, а также проверить чистоту газохроматографической системы в целом, проведя анализ дистиллированной воды.

Контролируют шум и дрейф нулевой линии на соответствие эксплуатационным документам прибора. Уровень флюктуационных шумов нулевого сигнала ПИД должен быть не более  $1 \cdot 10^{-13}$  А. Дрейф нулевого сигнала ПИД должен быть не более  $1 \cdot 10^{-12}$  А/ч. Если данные показатели не соответствуют установленным требованиям, необходимо выявить и устранить причины.

Допускается проведение анализа в других условиях хроматографирования и других условиях ДРП, обеспечивающих разделение определяемых веществ.

### 9.1.2 Приготовление растворов

#### 9.1.2.1 Приготовление основного раствора винилацетата в этиловом спирте

В мерной колбе вместимостью 50 см<sup>3</sup>, содержащей около 30-40 см<sup>3</sup> этилового спирта, взвешивают навеску винилацетата от 100 до 150 мг с точностью до 0,5 мг и доводят до метки тем же растворителем. Полученный раствор тщательно перемешивают.

Точную массовую концентрацию винилацетата в основном растворе  $C_0$ , мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$C_o = \frac{m \cdot \omega \cdot 10^3}{V_{uch}}, \quad (1)$$

где  $m$  – масса навески винилацетата, мг;

$\omega$  – содержание основного вещества в реагенте, волях единицы;

# ГОСТ

(проект, ВУ, первая редакция)

$10^3$  – коэффициент пересчета объема из  $\text{см}^3$  в  $\text{дм}^3$ ;

$V_{\text{исх}}$  – вместимость мерной колбы,  $\text{см}^3$ ,  $V_{\text{исх}} = 50 \text{ см}^3$ .

Основной раствор стабилен при хранении в мерной колбе с притертой пробкой при температуре от 2 °С до 8 °С в течение 1 месяца.

**9.1.2.2** Приготовление рабочего раствора с массовой концентрацией винилацетата 100 мг/дм<sup>3</sup>

Рабочий раствор винилацетата в дистиллированной воде готовят из основного раствора винилацетата. Объем основного раствора винилацетата  $V_c$ ,  $\text{см}^3$ , необходимый для приготовления рабочего раствора, с массовой концентрацией 100 мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$V_c = \frac{C_1 \cdot V_{\text{раб}}}{C_0}, \quad (2)$$

где  $C_1$  – заданная массовая концентрация винилацетата в рабочем растворе, мг/дм<sup>3</sup>,  $C_1 = 100 \text{ мг/дм}^3$ ;

$V_{\text{раб}}$  – вместимость мерной колбы,  $\text{см}^3$ ;

$C_0$  – массовая концентрация винилацетата в основном растворе, мг/дм<sup>3</sup>.

Раствор стабилен при хранении в мерной колбе с притертой пробкой при температуре от 2 °С до 8 °С в течение 1 недели.

**9.1.2.3** Приготовление градуировочных растворов винилацетата для установления градуировочной характеристики

Для получения серии градуировочных растворов в мерные колбы вместимостью 100 см<sup>3</sup> вносят 0,10; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50 см<sup>3</sup> рабочего раствора винилацетата. Объем раствора доводят до 100 см<sup>3</sup> дистиллированной водой. Получают серию градуировочных растворов с массовыми концентрациями винилацетата: 0,1 мг/дм<sup>3</sup>; 0,2 мг/дм<sup>3</sup>; 0,3 мг/дм<sup>3</sup>; 0,4 мг/дм<sup>3</sup>; 0,5 мг/дм<sup>3</sup>.

Градуировочные растворы готовят в день проведения градуировки.

## 9.1.3 Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади хроматографического пика от массовой концентрации винилацетата в растворе (мг/дм<sup>3</sup>), устанавливают по пяти сериям из пяти градуировочных растворов винилацетата.

В виалу, содержащую 10 см<sup>3</sup> каждого градуировочного раствора, добавляют 1 г безводного сернокислого натрия и герметизируют специальной крышкой (п.5.2.4). Затем помещают виалу в терmostат ДРП и проводят анализ при условиях, представленных в таблице 1.

Идентификация пика винилацетата проводится на каждом из каналов детекторов по временам удерживания при хроматографировании градуировочных растворов.

Время удерживания указывают с точностью до трех знаков после запятой, окно поиска должно быть в пределах  $\pm 1 \%$ .

Для определения времени удерживания винилацетата градуировочный раствор с концентрацией 0,2 мг/дм<sup>3</sup> с внесенным 1 г безводного сернокислого натрия (п. 9.1.2.3) хроматографируют не менее пяти раз. Время удерживания определяемого вещества определяют как среднее арифметическое результатов измерений всех определений по формуле

$$\bar{t}_R = \frac{\sum_{i=1}^n t_{R_i}}{n}, \quad (3)$$

где  $t_{R_i}$  – время удерживания, установленное хроматографом для винилацетата в градуировочном растворе, мин;

$n$  – общее количество измерений.

Для установления градуировочной характеристики используют программное обеспечение прибора. Проводят идентификацию винилацетата на двух каналах детекторов.

Ориентированное время удерживания винилацетата на ПИД-1 (колонка-1) – 6,470 мин, на ПИД-2 (колонка-2) – 9,753 мин. Точное время удерживания устанавливается по раствору стандартного образца.

Градуировочный график описывается линейной зависимостью вида  $Y = bx + a$  площади пика от массовой концентрации винилацетата в диапазоне от 0,10 до 0,50 мг/дм<sup>3</sup>.

Градуировку проводят один раз в 3 месяца или после ремонта хроматографа. Проверку стабильности времени удерживания винилацетата с учетом окна поиска в пределах  $\pm 1\%$  и стабильности градуировочного графика проводят перед началом каждой серии анализов при периодической работе либо после 20-ти анализов при непрерывной работе хроматографа путем хроматографирования градуировочного раствора с концентрацией 0,2 мг/дм<sup>3</sup> с внесенным 1 г безводного сернокислого натрия (п. 9.1.2.3).

Градуировочный график считается пригодным для выполнения измерений, если относительное расхождение между найденным по градуировочной зависимости значением массовой концентрации винилацетата, содержащегося в градуировочном растворе  $C_{изм}$ , и значением приписанной ему массовой концентрации  $C_k$  не превысит норматива стабильности  $K$

$$\frac{|C_{изм} - C_k|}{C_k} \cdot 100 \% \leq K \quad (4)$$

Норматив стабильности  $K$  для винилацетата равен 9 %.

Если расхождение результатов превышает указанное значение, то выясняют причины, устраниют их и проводят повторную градуировку хроматографа, используя свежеприготовленные градуировочные растворы.

#### 9.1.4 Отбор и подготовка проб к измерениям

Подготовка к выполнению измерений при определении винилацетата в водных вытяжках.

Получение вытяжек из образцов, из текстильных материалов и полимеров на основе винилацетата, проводят при определенной экспозиции, температурном режиме и отношении площади (см<sup>2</sup>), массы образца (г) к объему модельной среды (см<sup>3</sup>) в соответствии с требованиями нормативных документов, представленных в таблице 2.

Таблица 2 — Нормативные документы, регламентирующие условия приготовления водных вытяжек из образцов

Технический регламент Таможенного/Евразийского экономического союза	Нормативный документ, регламентирующий условия приготовления водных вытяжек из образцов
TP TC 005/2011	[1]
TP TC 007/2011	[1]
	[2]
TP TC 008/2011	[3]
TP TC 017/2011	[4]
TP TC 019/2011	[5]

**ГОСТ**

(проект, ВУ, первая редакция)

Окончание таблицы 2

Технический регламент Таможенного/Евразийского экономического союза	Нормативный документ, регламентирующий условия приготовления водных вытяжек из образцов
TP ЕАЭС 042/2017	[3]
Примечание – Информация о технических регламентах и (или) нормативных документах, регламентирующих условия приготовления водных вытяжек из образцов, действующих на территории государства – участника Соглашения, в котором введен в действие настоящий стандарт, приведена в справочном приложении А.	

Одновременно с вытяжками из образцов выдерживают в тех же условиях контрольную пробу, используемую для приготовления этих вытяжек.

Отбирают 10 см<sup>3</sup> водной вытяжки, помещают в виалу, содержащую 1 г безводного сернокислого натрия, герметизируют крышкой. Для анализа отбирают две параллельные пробы. Срок хранения проб не более 1 суток при температуре от 2 °C до 8 °C.

## 9.2 Подготовка к выполнению измерений при определении винилацетата в воздушной вытяжке

Перед выполнением измерений должны быть проведены следующие работы: подготовка средств измерений и вспомогательных устройств, приготовление градуировочных растворов, установление градуировочной характеристики, отбор и подготовка проб к измерениям.

### 9.2.1 Подготовка средств измерений и вспомогательных устройств

#### 9.2.1.1 Подготовка хроматографа, термодесорбера, капиллярных колонок

Подготовку хроматографа и термодесорбера проводят в соответствии с эксплуатационными документами.

Кварцевые капиллярные колонки соединяют параллельно с одним испарителем с помощью специального тройника (п. 5.2.3), в котором поток газа-носителя делится пополам и попадает в две капиллярные колонки.

Кварцевые капиллярные колонки предварительно кондиционируют, не соединяя выходные концы колонок с детекторами, нагревая в термостате хроматографа с программированием температуры от 50 °C до 230 °C со скоростью 10 °C/мин и выдерживая при этой температуре в течение 2 ч. Входы в детекторы при этом заглушают графитовыми прокладками.

После охлаждения термостата колонок хроматографа выходные концы колонок подсоединяют к ПИД, устанавливают расход газа-носителя через кварцевые капиллярные колонки при начальной рабочей температуре (45 °C) и проверяют герметичность соединений.

Устанавливают необходимый режим работы хроматографа. Условия работы термодесорбера и условия хроматографирования приведены в таблицах 3 и 4.

Таблица 3 – Условия работы термодесорбера

Условие	Значение
Продувочный газ	Азот
Температура крана	160 °C
Температура переходной линии	180 °C

Окончание таблицы 3

Условие	Значение
Условия проведения подготовки:	
Объемный расход газа – носителя	10 см <sup>3</sup> /мин
Температура ловушки (нижняя)	минус 10 °С
Условия проведения продувки:	
Температура продувки	40 °С
Объемный расход продувочного газа	30 см <sup>3</sup> /мин
Время продувки	1 мин
Условия проведения десорбции:	
Температура десорбции	250 °С
Объемный расход продувочного газа	20 см <sup>3</sup> /мин
Время десорбции	8 мин
Условия проведения анализа:	
Температура ловушки (верхняя)	250 °С
Скорость нагрева	500 °С/мин

Таблица 4 – Условия хроматографирования

Условие	Значение		
Время нагрева	2 мин		
Условия проведения очистки:			
Температура трубки	300 °С		
Объемный расход продувочного газа	50 см <sup>3</sup> /мин		
Время очистки	10 мин		
Газ-носитель, продувочный газ	Азот		
Температура детектора (ПИД)	250 °С		
Температура испарителя	220 °С		
Режим ввода пробы	Без деления, с экономией газа		
Сброс газа-носителя с испарителя	Скорость, см <sup>3</sup> /мин	Расход, см <sup>3</sup> /мин	Время, мин
	-	0	3
	0	30	3
	200	10	0
Температура первого изотермического участка	45 °С		
Длительность первого изотермического участка	7 мин		
Скорость программирования температуры	5 °С/мин		
Температура второго изотермического участка	135 °С		
Длительность второго изотермического участка	0 мин		

## Окончание таблицы 4

Условие	Значение
Скорость программирования температуры	20 °С/мин
Температура третьего изотермического участка	220 °С
Длительность третьего изотермического участка	7 мин
Давление на входе в кварцевую капиллярную колонку	52,694 кПа
Объемный расход поддувного газа	50 см <sup>3</sup> /мин
Объемный расход водорода	50 см <sup>3</sup> /мин
Объемный расход воздуха	500 см <sup>3</sup> /мин
Общее время анализа	36,25 мин

Допускается проведение анализа в других условиях хроматографирования и работы термодесорбера, обеспечивающих разделение определяемых веществ.

Контролируют шум и дрейф нулевой линии на соответствие эксплуатационным документам прибора. Уровень флюктуационных шумов нулевого сигнала ПИД должен быть не более  $2 \cdot 10^{-14}$  мВ/с. Дрейф нулевого сигнала ПИД должен быть не более  $4 \cdot 10^{-13}$  мВ/с. Если данные показатели не удовлетворяют установленным величинам, необходимо выявить и устранить причины.

#### 9.2.1.2 Подготовка к работе сорбционных трубок

При первичном кондиционировании сорбционную трубку устанавливают в термостат десорбера в соответствии с инструкцией по эксплуатации и постепенно повышают температуру от 100 °С до 300 °С через три или четыре ступени, при объемном расходе инертного газа (азота) около 100 см<sup>3</sup>/мин. Время кондиционирования новой трубы должно быть не менее 1 часа. Температура кондиционирования не должна превышать максимальную рабочую температуру самого термолабильного сорбента.

При последующем кондиционировании сорбционных трубок температуру кондиционирования можно задавать на величину от 10 °С до 20 °С выше температуры десорбции, а время от 15 до 30 мин.

После кондиционирования сорбционную трубку необходимо проверить на чистоту, проведя холостой анализ при условиях работы термодесорбера (таблица 3) и хроматографирования (таблица 4). В случае наличия примесей повторить процедуру кондиционирования.

Подготовленные к работе сорбционные трубы закрывают заглушками (п. 5.2.8) и хранят в герметичной емкости, в которую при длительном хранении необходимо положить несколько мешочеков с углем активным (п. 5.3.9).

#### 9.2.1.3 Подготовка устройства ввода в сорбционную трубку и проверка чистоты продувочного газа

Подготовку устройства ввода в сорбционную трубку проводят в соответствии с эксплуатационными документами.

Для продувки сорбционных трубок используют продувочный газ: азот, прошедший через фильтры очистки.

Для проверки чистоты продувочного газа сорбционная трубка помещается в устройство ввода и в течение 25 мин продувается газом без ввода градуировочного раствора с объемным расходом 100 см<sup>3</sup>/мин. После этого сорбционную трубку помещают в термодесорбер и проводят анализ при условиях работы термодесорбера (таблица 3) и хроматографирования (таблица 4). Если при этом дрейф нулевой линии не превышает

нормы и отсутствуют пики на хроматограмме, то газ можно использовать для продувки сорбционной трубы.

При наличии пики на хроматограмме необходимо поставить дополнительные фильтры очистки газа или заменить баллон с газом.

### **9.2.2 Приготовление растворов**

#### **9.2.2.1 Приготовление основного раствора винилацетата в этиловом спирте**

В мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>, содержащей около 30-40 см<sup>3</sup> этилового спирта, взвешивают навеску винилацетата от 100 до 150 мг с точностью до 0,5 мг и доводят объем раствора этиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают.

Точную массовую концентрацию винилацетата в основном растворе С, мг/см<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле

$$C = \frac{m \cdot w}{V_{osn}}, \quad (5)$$

где m – масса навески винилацетата, мг;

w – содержание основного вещества в реактиве, волях единицы;

V<sub>осн</sub> – вместимость мерной колбы, см<sup>3</sup>, V<sub>осн</sub> = 100 см<sup>3</sup>.

Основной раствор стабилен при хранении в мерной колбе с притертой пробкой при температуре от 2 °С до 8 °С в течение 1 месяца.

#### **9.2.2.2 Приготовление градуировочных растворов винилацетата для установления градуировочной характеристики**

Градуировочные растворы винилацетата готовят в мерных колбах вместимостью 10 см<sup>3</sup>. Для этого в каждую мерную колбу, содержащую около 2-3 см<sup>3</sup> этилового спирта, вносят основной раствор, в количестве в соответствии с таблицей 5, доводят уровень этиловым спиртом до метки и тщательно перемешивают.

**Таблица 5 – Схема приготовления градуировочных растворов винилацетата**

Номер градуировочного раствора	Объем основного раствора винилацетата, см <sup>3</sup>	Масса винилацетата в 1 мм <sup>3</sup> градуировочного раствора, мкг
1	1,5	0,1875
2	2,0	0,2500
3	3,0	0,3750
4	4,0	0,5000
5	6,0	0,7500

Срок хранения градуировочных растворов – не более 7 суток при хранении в мерных колбах с притертыми пробками при температуре от 2 °С до 8 °С.

#### **9.2.3 Установление градуировочной характеристики**

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади (высоты) хроматографического пика от массы винилацетата, устанавливают по пяти сериям из пяти градуировочных растворов винилацетата.

Для ввода градуировочных растворов в сорбционную трубку и последующей отдувки растворителя используют устройство ввода в сорбционную трубку. С помощью микрошприца, проткнув иглой стекловату, наносят 1 мм<sup>3</sup> каждого градуировочного раствора на поверхность сорбента сорбционной трубы со стороны отбора пробы (отсутствия бирки).

Далее отдувают растворитель из сорбционной трубы в течение 2 мин с объемным расходом 100 см<sup>3</sup>/мин. По окончании продувки сорбционную трубку помещают в термодесорбер и проводят анализ при условиях, приведенных в таблице 3 и таблице 4.

# ГОСТ

(проект, ВУ, первая редакция)

Для каждого градуировочного раствора из серии надо использовать разные сорбционные трубы.

Идентификация пика винилацетата проводится на каждом из каналов детекторов по временем удерживания при хроматографировании градуировочных растворов.

Время удерживания указывается с точностью до трех знаков после запятой, окно поиска не должно превышать  $\pm 1\%$ .

Для определения времени удерживания винилацетата градуировочный раствор номер 2 (п. 9.2.2.2) хроматографируют не менее пяти раз. Время удерживания определяемого вещества определяют как среднее арифметическое результатов измерений всех определений по формуле (3).

Для установления градуировочной характеристики используют программное обеспечение прибора. Проводят идентификацию винилацетата на двух каналах ПИД.

Ориентированное время удерживания винилацетата на ПИД-1 (колонка-1) – 6,193 мин, на ПИД-2 (колонка-2) – 9,063 мин. Точное время удерживания устанавливается по раствору стандартного образца.

Градуировочный график описывается линейной зависимостью вида  $Y = bx$  площади пика от массы вещества в диапазоне от 0,1875 до 0,7500 мкг.

Градуировку проводят один раз в 3 месяца, а также после ремонта хроматографа. Проверку стабильности времени удерживания винилацетата с учетом окна поиска  $\pm 1\%$  и стабильности градуировочного графика проводят перед началом каждой серии анализов при периодической работе либо после 20-ти анализов при непрерывной работе хроматографа путем хроматографирования градуировочного раствора номер 2, полученного согласно таблице 5.

Градуировочный график считается пригодным для выполнения измерений, если относительное расхождение между найденным по градуировочной зависимости значением массы винилацетата в градуировочном растворе номер 2,  $G_{узм}$  и приписанной ему значением,  $G_x$ , не превысит норматива стабильности,  $K$

$$\frac{|G_{узм} - G_x|}{G_x} \cdot 100 \% \leq K \quad (6)$$

Норматив стабильности  $K$  равен 6 %.

Если расхождение результатов превышает указанное значение, то выясняют причины, устраняют их и проводят повторную градуировку прибора, используя свежеприготовленные градуировочные растворы.

## 9.2.4 Отбор и подготовка проб к измерениям

Получение воздушной вытяжки из образцов, из текстильных материалов и полимеров на основе винилацетата, проводят при определенной экспозиции, воздухообмене, температурном режиме и соотношении массы образца (г) (площади образца ( $m^2$ )) к объему воздушной среды ( $m^3$ ) в соответствии с требованиями нормативных документов, представленных в таблице 6.

Таблица 6 – Нормативные документы, регламентирующие условия приготовления воздушной вытяжки из образцов

Технический регламент Таможенного/Евразийского экономического союза	Нормативный документ, регламентирующий условия приготовления воздушной вытяжки из образцов
TP TC 005/2011	[1]
TP TC 007/2011	[2]
TP TC 008/2011	[3]
TP TC 017/2011	[4]

Окончание таблицы 6

Технический регламент Таможенного/Евразийского экономического союза	Нормативный документ, регламентирующий условия приготовления воздушной вытяжки из образцов
TP ТС 019/2011	[5]
TP ТС 025/2012	ГОСТ 30255-2014
TP ЕАЭС 042/2017	[3]

Примечание – Информация о технических регламентах и (или) нормативных документах, регламентирующих условия приготовления водных вытяжек из образцов, действующих на территории государства – участника Соглашения, в котором введен в действие настоящий стандарт, приведена в справочном приложении А.

Для приготовления воздушной вытяжки используют климатическую камеру или эксикатор объемом не менее 7,5 дм<sup>3</sup>.

Подготовку климатической камеры к работе и выведение ее на рабочий режим осуществляют в соответствии с технической документацией на камеру и нормативными документами, действующими на территории государства – участника Соглашения.

Для проверки чистоты камеры перед закладкой образца проводится отбор контрольной пробы воздуха с объемным расходом 100 см<sup>3</sup>/мин через две сорбционные трубы, присоединенные к испытательной камере, в течение 25 мин.

Для отбора проб из эксикатора в отверстие его крышки вставляют резиновую пробку с двумя отводными трубками: одна – немного не доходящая до дна, вторая – оканчивающаяся под пробкой с таким расчетом, чтобы при взятии пробы протягиваемый воздух проходил через всю емкость. При использовании эксикатора ко второй трубке присоединяют тройник (п 5.2.15), позволяющий одновременно отбирать две пробы. Фактическую вместимость эксикатора определяют путем заполнения водой его и применяемой крышки с помощью мерных цилиндров соответствующей вместимости и суммированием полученных объемов.

Воздух с объемным расходом 100 см<sup>3</sup>/мин аспирируют через две сорбционные трубы, присоединенные к емкости с образцом или выходным штуцерам климатической камеры, с размещенным испытуемым образцом, в течение 25 мин. Одновременно отбирают две параллельные пробы.

Контрольную пробу воздуха отбирают аспиратором из эксикатора без образца, выдержанной в аналогичных с испытуемым образцом условиях.

Сорбционную трубку подключают концом, в соответствии с обозначенным на сорбционной трубке направлением прокачки при отборе пробы, к аспиратору. При использовании комбинированных трубок пробы сначала должна проходить через слабый сорбент, а потом через сильный.

После отбора пробы воздуха сорбционные трубы отсоединяют от аспиратора и закрывают заглушками (п 5.2.7).

Если анализ проб не будет проводиться в течение 8 ч после отбора, сорбционные трубы закрывают заглушками (п 5.2.8) и хранят в герметичной емкости, в которую при длительном хранении необходимо положить несколько мешочеков с углем активным (п. 5.3.9).

Срок хранения проб не более 1 недели при температуре от 15 °C до 25 °C.

## 10 Проведение измерений

### 10.1 Порядок выполнения измерений при определении винилацетата в водных вытяжках

После выхода хроматографа и ДРП на режим виалу с пробой помещают в термостат ДРП и проводят анализ при условиях, приведенных в таблице 1.

Предварительно проводят анализ контрольной пробы. Обработка контрольной пробы происходит при тех же условиях, что и испытываемых проб.

По окончании хроматографического анализа проводят идентификацию пика винилацетата по времени удерживания и вычисление его массовой концентрации, мг/дм<sup>3</sup>, согласно разделу 11.

## **10.2. Порядок выполнения измерений при определении винилацетата в воздушной вытяжке**

После проведения отбора пробы и выхода хроматографа и термодесорбера на режим, сорбционную трубку помещают в печь термодесорбера и проводят измерения при условиях, приведенных в таблице 3 и таблице 4. Десорбция происходит в направлении, обратном направлению отбора пробы.

Предварительно проводят анализ контрольной пробы. Обработка контрольной пробы происходит при тех же условиях, что и при обработке испытываемых проб.

По окончании хроматографического анализа проводят идентификацию пика винилацетата по времени удерживания и вычисление его массы, мкг, согласно разделу 11.

Результаты промежуточных измерений и значения влияющих величин фиксируют в рабочем журнале по форме, установленной документами системы менеджмента или иными документами предприятия.

## **11 Обработка результатов измерений**

Обработку результатов измерений выполняют следующим образом:

Массовую концентрацию винилацетата, содержащегося в водной вытяжке, X, мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывают по установленной по 9.1.3 градуировочной характеристике.

Массу винилацетата G, мкг, адсорбированного из воздушной вытяжки, рассчитывают по установленной в п. 9.2.3 градуировочной характеристике. Масса винилацетата в 1 мм<sup>3</sup> градуировочного раствора соответствует массе этого вещества в 2,5 дм<sup>3</sup> отбираемого воздуха.

Массовую концентрацию винилацетата, выделившегося из образца в воздушную вытяжку, X, мг/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$X = \frac{G}{V_0} , \quad (7)$$

где G – масса винилацетата в пробе, найденная по градуировочной характеристике, мкг; V<sub>0</sub> – объем отобранного воздуха, дм<sup>3</sup>, V<sub>0</sub> = 2,5 дм<sup>3</sup>.

В случае использования климатической камеры, объем отобранного воздуха, приведенный к стандартным условиям, V дм<sup>3</sup>

$$V = \frac{V_0 \cdot (273 + 20) \cdot P}{(273 + t) \cdot 101,3} , \quad (8)$$

где V<sub>0</sub> – объем воздуха, отобранный для анализа, дм<sup>3</sup>;

P – атмосферное давление в месте отбора пробы, кПа;

t – температура воздуха в месте отбора пробы, °С;

101,3 – давление, соответствующее стандартным условиям, кПа;

273 – число, используемое для пересчета градусов Цельсия в Кельвины;

20 – температура, соответствующая стандартным условиям, °С.

Полученные результаты регистрируют в рабочем журнале по форме, установленной документами системы менеджмента или иными документами организации

За результат измерения принимают среднее арифметическое двух параллельных измерений в водных (воздушной) вытяжках  $\bar{X}$ , мг/дм<sup>3</sup> (мг/м<sup>3</sup>), которое вычисляют по формуле

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (9)$$

где  $X_1, X_2$  – значения массовых концентраций винилацетата в каждой из двух проб параллельных измерений в водных (воздушной) вытяжках, мг/дм<sup>3</sup> (мг/м<sup>3</sup>).

Вычисление массовой концентрации винилацетата в водных вытяжках в диапазоне измерений от 0,10 до 0,50 мг/дм<sup>3</sup> выполняют с точностью до третьего десятичного знака, с округлением окончательного результата измерений до второго знака, в воздушной вытяжке – выполняют в диапазоне измерений от 0,075 до 0,300 мг/м<sup>3</sup> с точностью до четвертого десятичного знака с округлением окончательного результата измерений до третьего знака.

Результаты измерений после обработки заносят в рабочий журнал по форме, установленной документами системы менеджмента или иными документами организации.

## 12 Форма представления результатов измерений

Результаты измерений оформляют протоколом по форме, установленной документами системы менеджмента или иными документами организации.

Результаты должны включать следующую информацию:

- наименование (шифр) пробы;
- дату проведения измерений;
- результаты измерений;
- фамилию оператора.

Результат измерения концентрации винилацетата в водных вытяжках представляют в форме:

«Массовая концентрация винилацетата в водных вытяжках \_\_\_\_\_, составила

$$\bar{X} \pm U \text{ мг/дм}^3, k = 2, P = 0,95, \quad (10)$$

где  $\bar{X}$  – результат измерений массовой концентрации винилацетата, мг/дм<sup>3</sup>;

$U$  – расширенная неопределенность, мг/дм<sup>3</sup>, при коэффициенте охвата  $k = 2$  и вероятности охвата 0,95, рассчитывается по формуле

$$U = U(X) \cdot \bar{X} \cdot 0,01, \quad (11)$$

где  $U(X)$  – относительная расширенная неопределенность, %, значение которой приведено в разделе 14;

0,01 – коэффициент пересчета из процентов в доли единицы.

Результат измерения массовой концентрации винилацетата в воздушной вытяжке представляют в форме:

«Массовая концентрация винилацетата в воздушной вытяжке \_\_\_\_\_, составила

$$\bar{X} \pm U \text{ мг}/\text{м}^3, k = 2, P = 0,95, \quad (12)$$

где  $\bar{X}$  – результат измерений массовой концентрации винилацетата,  $\text{мг}/\text{м}^3$ ;  
 $U$  – расширенная неопределенность,  $\text{мг}/\text{дм}^3$ , при коэффициенте охвата  $k = 2$  и вероятности охвата 0,95, рассчитывается по формуле (11).

Если полученное среднее арифметическое значение массовых концентраций винилацетата в водных (воздушной) вытяжках  $\bar{X}$ ,  $\text{мг}/\text{дм}^3$  ( $\text{мг}/\text{м}^3$ ), меньше нижней границы или больше верхней границы его диапазона измерения, то дают одностороннюю оценку массовой концентрации в виде

$$\bar{X} < C_{min} \quad (13)$$

$$\bar{X} > C_{max}, \quad (14)$$

где  $C_{min}$  – нижняя граница диапазона измерения массовой концентрации винилацетата в водных (воздушной) вытяжках,  $\text{мг}/\text{дм}^3$  ( $\text{мг}/\text{м}^3$ ), значение которого приведено в разделе 14;

$C_{max}$  – верхняя граница диапазона измерения массовой концентрации винилацетата в водных (воздушной) вытяжках,  $\text{мг}/\text{дм}^3$  ( $\text{мг}/\text{м}^3$ ), значение которого приведено в разделе 14.

## 13 Контроль точности результатов измерений

Контроль точности получаемых результатов измерений осуществляют на основе:

- контроля результатов измерений, полученных в условиях повторяемости;
- контроля результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности;
- контроля правильности результатов измерений.

### 13.1 Проверка приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости

Проверку приемлемости результатов осуществляют согласно п. 5.2.2 ГОСТ ИСО 5725-6. Результаты измерений должны быть получены в условиях повторяемости.

Если относительное значение разности между результатами двух параллельных измерений не превышает или равно значению предела повторяемости  $r$ , %,

$$\frac{|X_2 - X_1| \cdot 100}{\bar{X}} \leq r, \quad (15)$$

где  $X_1, X_2$  – значения результатов двух измерений, полученных в условиях повторяемости, рассчитанные согласно разделу 11,  $\text{мг}/\text{дм}^3$  ( $\text{мг}/\text{м}^3$ );

100 – коэффициент для перевода в проценты;

$\bar{X}$  – среднее арифметическое значение результатов двух измерений, полученных в условиях повторяемости, рассчитанное по (9),  $\text{мг}/\text{дм}^3$  ( $\text{мг}/\text{м}^3$ );

$r$  – предел повторяемости для двух параллельных измерений, %, значение которого приведено в разделе 14,  
то все результаты параллельных измерений признаются приемлемыми, и окончательный результат измерения является их средним арифметическим.

При невыполнении условия (15) контроль повторяют. При повторном превышении указанного норматива должны быть выяснены и устранены причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля повторяемости.

### 13.2 Проверка приемлемости результатов измерений в условиях промежуточной прецизионности

Контроль промежуточной прецизионности результатов измерений проводится с периодичностью и в соответствии с процедурами, установленными в документах системы менеджмента лаборатории и руководствуясь принципами ГОСТ ИСО 5725-6 с использованием рабочих проб. Контроль обязателен после ремонта оборудования или существенных изменений условий выполнения измерений.

Значение относительной разности между двумя результатами измерений, полученными в условиях промежуточной прецизионности, не должно превышать предела промежуточной прецизионности  $R_{I(TO)}$ , %,

$$\frac{|X_{2(TO)} - X_{1(TO)}| \cdot 100}{\bar{X}_{(TO)}} \leq R_{I(TO)}, \quad (16)$$

где  $X_{1(TO)}$ ,  $X_{2(TO)}$  – значения единичных результатов измерений, полученные в условиях промежуточной прецизионности, рассчитанные согласно разделу 11, мг/дм<sup>3</sup> (мг/м<sup>3</sup>); 100 – коэффициент для перевода в проценты;

$\bar{X}_{(TO)}$  – среднее арифметическое результатов измерений, полученных в условиях промежуточной прецизионности, рассчитанное по формуле (9), мг/дм<sup>3</sup> (мг/м<sup>3</sup>);

$R_{I(TO)}$  – предел промежуточной прецизионности, %, значение которого приведено в таблице 7.

Результаты измерений должны быть получены с изменяющимися факторами «время» и «оператор».

При выполнении условия (16) оба результата считаются приемлемыми. При невыполнении условия (16) контроль повторяют. При повторном превышении указанного норматива должны быть выяснены и устранены причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля.

### 13.3 Контроль правильности результатов измерений

Контроль правильности результатов осуществляется с периодичностью, установленной процедурой внутреннего лабораторного контроля лаборатории, при смене реактивов, изменении условий проведения измерений, после ремонта оборудования, при освоении методики персоналом, выполняющим измерения.

Контроль правильности результатов измерений при определении массовой концентрации винилацетата в водных вытяжках проводят путем анализа проб с заранее известной массовой концентрацией винилацетата 0,1 мг/дм<sup>3</sup> (проба с добавкой). Пробу с добавкой готовят согласно п. 9.1.2.3, соответствующей концентрации 0,1 мг/дм<sup>3</sup>. Далее анализ проводят в соответствии с п 9.1.3.

Контроль правильности результатов измерений при определении массовой концентрации винилацетата в воздушной вытяжке проводят путем анализа проб с заранее известной массовой концентрацией винилацетата 0,075 мг/м<sup>3</sup> (проба с добавкой). На поверхность сорбента сорбционной трубки наносят добавку винилацетата (градуировочный раствор номер 1 (таблица 5)). Для ввода добавки винилацетата в сорбционную трубку и последующей отдувки растворителя используют устройство ввода в

## ГОСТ

(проект, ВУ, первая редакция)

сорбционную трубку. С помощью микрошприца, проткнув иглой стекловату, наносят 1  $\text{мм}^3$  добавки винилацетата на поверхность сорбента сорбционной трубки со стороны отбора пробы. Далее отдувают растворитель из сорбционной трубки в течение 2 мин с объемным расходом 100  $\text{см}^3/\text{мин}$ . По окончании продувки сорбционную трубку помещают в термодесорбер и проводят анализ при условиях, приведенных в таблицах 3, 4.

Результат контроля правильности считается удовлетворительным, если выполняется следующее условие

$$\frac{|1 - \overline{Rec}|}{U(Rec)} \leq t(P, f), \quad (17)$$

где  $\overline{Rec}$  – средняя степень извлечения винилацетата из двух проб с добавкой, найденная по формулам (18) и (19);

$U(Rec)$  – абсолютная стандартная неопределенность извлечения винилацетата в водных (воздушной) вытяжках;

Абсолютная стандартная неопределенность извлечения в водных вытяжках  $U(Rec) = 0,0468$ .

Абсолютная стандартная неопределенность извлечения в воздушной вытяжке  $U(Rec) = 0,0738$ .

$t(P, f)$  – табличное значение критерия Стьюдента,  $t(0,05; 1) = 12,7$ .

В каждой из двух проб с добавкой величину степени извлечения  $Rec_i$  получают по формуле

$$Rec_i = \frac{P_i - P_0}{\gamma}, \quad (18)$$

где  $P_i$  – результат единичного определения массовой концентрации винилацетата в пробе с добавкой, рассчитанный согласно разделу 11,  $\text{мг}/\text{дм}^3$  ( $\text{мг}/\text{м}^3$ );

$P_0$  – массовая концентрация винилацетата в пробе без добавки,  $\text{мг}/\text{дм}^3$  ( $\text{мг}/\text{м}^3$ );

$P_0 = 0 \text{ мг}/\text{дм}^3$  ( $\text{мг}/\text{м}^3$ );

$\gamma$  – массовая концентрация винилацетата, внесенного в образец для исследования,  $\text{мг}/\text{дм}^3$  ( $\text{мг}/\text{м}^3$ ).

Используя значения степени извлечения из двух проб с добавкой  $Rec_i$ , устанавливают среднюю степень извлечения  $\overline{Rec}$  по формуле

$$\overline{Rec} = \frac{\sum_{i=2}^{n=2} Rec_i}{n}, \quad (19)$$

При невыполнении условия (17) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (17) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

## 14 Метрологические характеристики метода

Данные о показателях точности измерений были получены из внутрилабораторного эксперимента, организованного и подвергнутого анализу в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-3 в 2022-2023 годах в лаборатории хроматографических исследований государственного предприятия «НПЦГ». Экспериментальные данные были получены в условиях повторяемости и промежуточной прецизионности с изменяющимися факторами: «персонал», «выполняющий измерения», и «время».

Выбросов в совокупности экспериментальных данных обнаружено не было.

Для проведения экспериментальных данных по оцениванию показателей точности измерений использовались рабочие образцы, стандартный образец с сертифицированным значением массовой концентрации винилацетата, а также образцы с добавками винилацетата.

Полученное в результате эксперимента значение лабораторного смещения признано незначимым для всех видов продукции и всех диапазонов измерений.

Алгоритм оценивания неопределенности измерений представлен в приложении Б и приложении В настоящего стандарта.

Диапазоны измерений массовых концентраций винилацетата в водных и воздушной вытяжках, показатели точности и относительной расширенной неопределенности методики измерений в заданных диапазонах измерений приведены в таблице 7.

Таблица 7 – Диапазоны измерений массовых концентраций винилацетата в водных и воздушной вытяжках, значения стандартного отклонения повторяемости, промежуточной прецизионности, предела повторяемости, промежуточной прецизионности, относительной расширенной неопределенности методики измерений при доверительной вероятности  $P = 95\%$

Диапазон измерений массовой концентрации	Относительное стандартное отклонение повторяемости $\sigma_r, \%$	Предел повторяемости, $r, \%$	Относительное стандартное отклонение промежуточной прецизионности $\sigma_{I(TO)}, \%$	Предел промежуточной прецизионности $R_{I(TO)}, \%$	Относительная расширенная неопределенность $U(X), \%$ ( $P = 95\%, k = 2$ )
От 0,10 до 0,50 мг/дм <sup>3</sup>	9	25	11	30	25
От 0,075 до 0,300 мг/м <sup>3</sup>	4	12	9	24	24

Примечание – Неопределенность измерений включает в себя неопределенность отбора проб из единичных образцов водной и воздушной вытяжки

**Приложение А**  
**(справочное)****Информация о технических регламентах и (или) нормативных правовых актах, действующих на территории государства – участника Соглашения, в котором введен в действие настоящий стандарт**

Нормативный правовой акт или технический регламент	Государство – участник Соглашения
TP TC 005/2011 «О безопасности упаковки»	AM, BY, KZ, KG, RU
TP TC 007/2011 «О безопасности продукции, предназначенной для детей и подростков»	AM, BY, KZ, KG, RU
TP TC 008/2011 «О безопасности игрушек»	AM, BY, KZ, KG, RU
TP TC 017/2011 «О безопасности продукции легкой промышленности»	AM, BY, KZ, KG, RU
TP TC 019/2011 «О безопасности средств индивидуальной защиты»	AM, BY, KZ, KG, RU
TP TC 025/2012 «О безопасности мебельной продукции»	AM, BY, KZ, KG, RU
TP ЕАЭС 042/2017 «О безопасности оборудования для детских игровых площадок»	AM, BY, KZ, KG, RU

**Приложение Б**  
**(обязательное)**

**АЛГОРИТМ РАСЧЕТА И ОЦЕНИВАНИЯ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ  
МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ВИНИЛАЦЕТАТА В ВОДНЫХ ВЫТЯЖКАХ**

**Б.1 Измерительная задача:** измерение массовой концентрации винилацетата в диапазоне от 0,10 до 0,50 мг/дм<sup>3</sup> в водных вытяжках, выделяемого из изделий из текстильных материалов и полимеров на основе винилацетата (далее – образцов), методом газовой хроматографии.

Измерение массовой концентрации винилацетата в водных вытяжках согласно методике измерений включает следующие операции:

- приготовление градуировочных растворов;
- установление градуировочной характеристики, выражющей зависимость площади хроматографического пика от массовой концентрации винилацетата в растворе;
- подготовка проб к измерениям;
- хроматографирование на газовом хроматографе с ДРП, кварцевой капиллярной колонкой и ПИД.

**Б.2 Математическая модель измерения** массовой концентрации винилацетата в водных вытяжках  $X$ , мг/дм<sup>3</sup>, с учетом оценки прецизионности и оценки смещения метода, имеет вид

$$X = C \cdot \frac{F}{Rec}, \quad (\text{Б.1})$$

где  $C$  – массовая концентрация винилацетата, найденная по градуировочной характеристике, мг/дм<sup>3</sup>;

$F$  – поправочный множитель, учитывающий разброс измеренных значений массовой концентрации, в относительных единицах, значение оценки 1;

$Rec$  – смещение (степень извлечения) метода в относительных единицах, значение оценки 1.

Перечень входных величин для оценки суммарной стандартной неопределенности при измерении массовой концентрации винилацетата в водных вытяжках представлен в таблице Б.1.

Таблица Б.1 – Входные величины для оценки суммарной стандартной неопределенности, единицы измерения величины, определение или описание

Входная величина	Единица измерения	Определение или описание
Составляющие неопределенности, обусловленные повторяемостью результатов измерений и смещением		
$F$	-	поправочный множитель, учитывающий разброс измеренных значений массовой концентрации
$Rec$	-	степень извлечения в относительных единицах

**ГОСТ**

(проект, ВУ, первая редакция)

Окончание таблицы Б.1

Входная величина	Единица измерения	Определение или описание
Составляющие неопределенности, обусловленные проведением измерений		
$C$	мг/дм <sup>3</sup>	массовая концентрация винилацетата, найденная по градуировочной характеристике

**Б.3 Анализ входных величин**

Расчет неопределенности измерений проводят в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6, ГОСТ 34100.3-2017/ISO/IEC Guide 98-3:2008, [6], [7], [8].

Исходя из модели измерений и анализа измерительной процедуры, можно выделить следующие источники неопределенности массовой концентрации винилацетата в водных вытяжках:

- неопределенность, обусловленная пробоотбором и пробоподготовкой;
- неопределенность, обусловленная построением градуировочного графика;
- неопределенность, обусловленная случайными факторами (фактор повторяемости).

#### **A.3.1 Составляющие неопределенности, обусловленные построением градуировочного графика**

Входная величина, связанная с проведением измерений:

- массовая концентрация винилацетата в растворе, найденная по градуировочной характеристике,  $C$ , мг/дм<sup>3</sup>.

Анализ входной величины, источником которой является процедура проведения измерений, представлен в таблице Б.2.

Таблица Б.2 – Анализ входной величины, связанной с проведением измерений

Входная величина	Определение или описание
Массовая концентрация винилацетата, найденная по градуировочной характеристике, $C$ , мг/дм <sup>3</sup>	Тип оценивания неопределенности: А Вид распределения: нормальный Значение оценки: $C$ , мг/дм <sup>3</sup> Суммарная стандартная неопределенность: обусловлена неопределенностью построения градуировочного графика

Значение массовой концентрации винилацетата в растворе  $C$ , мг/дм<sup>3</sup>, определяется по градуировочной характеристике, поэтому ее неопределенность обусловлена неопределенностью построения градуировочного графика. К составляющим неопределенности, обусловленным построением градуировочного графика, можно отнести следующие:

- случайные эффекты, результатом которых являются неопределенности приписанных исходных значений массовой концентрации винилацетата в градуировочных растворах;
- случайные колебания при измерении выходного сигнала.

Неопределенность  $u(C, xi)$  массовой концентрации винилацетата в растворе пробы из-за неопределенности значения массовой концентрации винилацетата в  $i$ -ом градуировочном растворе можно определить по приближенной формуле

$$u(C, x_i) = \frac{u(x_i)}{N}, \quad (\text{Б.2})$$

где  $u(x_i)$  – неопределенность приписанного значения массовой концентрации винилацетата в  $i$ -ом градуировочном растворе, мг/дм<sup>3</sup>;

$N$  – количество градуировочных растворов (точек на графике).

Оценивание неопределенности приписанного значения массовых концентраций винилацетата в  $i$ -ом градуировочном растворе проводят по формуле

$$u(x_i) = x_i \sqrt{\left(\frac{u(m)}{m}\right)^2 + \left(\frac{u(w)}{w}\right)^2 + \left(\frac{u(V_{\text{осн}})}{V_{\text{осн}}}\right)^2 + \left(\frac{u(V_{\text{раб}})}{V_{\text{раб}}}\right)^2 + \left(\frac{u(V_{rp})}{V_{rp}}\right)^2 + \left(\frac{u(V_1)}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{u(V_2)}{V_2}\right)^2 + \left(\frac{u(V_3)}{V_3}\right)^2}, \quad (\text{Б.3})$$

где  $u(m)$  – стандартная неопределенность массы навески винилацетата, взятой для приготовления основного раствора, мг;

$m$  – масса винилацетата, взятого для приготовления основного раствора, мг;

$u(w)$  – стандартная неопределенность содержания винилацетата, используемого для приготовления основного раствора, %;

$w$  – содержание винилацетата в реагенте, %;

$u(V_{\text{осн}})$  – стандартная неопределенность вместимости мерной колбы, взятой для приготовления основного раствора винилацетата, см<sup>3</sup>;

$V_{\text{осн}}$  – объем основного раствора, см<sup>3</sup>;

$u(V_1)$  – стандартная неопределенность объема аликовты основного раствора, использованного для приготовления рабочего раствора винилацетата, см<sup>3</sup>;

$V_1$  – объем аликовты основного раствора, использованного для приготовления рабочего раствора винилацетата, см<sup>3</sup>;

$u(V_{\text{раб}})$  – стандартная неопределенность вместимости мерной колбы, взятой для приготовления рабочего раствора винилацетата, см<sup>3</sup>;

$V_{\text{раб}}$  – объем рабочего раствора, см<sup>3</sup>;

$u(V_2)$  – стандартная неопределенность объема аликовты рабочего раствора, взятого для приготовления,  $i$ -ого градуировочного раствора, см<sup>3</sup>;

$V_2$  – объем аликовты рабочего раствора, взятого для приготовления,  $i$ -ого градуировочного раствора, см<sup>3</sup>;

$u(V_{rp})$  – стандартная неопределенность вместимости мерной колбы, взятой для приготовления,  $i$ -ого градуировочного раствора см<sup>3</sup>;

$V_{rp}$  – объем  $i$ -ого градуировочного раствора, см<sup>3</sup>;

$u(V_3)$  – стандартная неопределенность объема раствора пробы, взятого для анализа, см<sup>3</sup>;

$V_3$  – объем раствора пробы, взятого для анализа, см<sup>3</sup>.

Суммарную неопределенность из-за неопределенностей приписанных значений массовой концентрации винилацетата в растворе во всех градуировочных растворах рассчитывают по следующей формуле

$$u(C, x) = \sqrt{\sum_{i=1}^N \left(\frac{u(x_i)}{N}\right)^2}. \quad (\text{Б.4})$$

Составляющую неопределенности, обусловленную случайными колебаниями выходного сигнала, рассчитывают по формуле

# ГОСТ

(проект, ВЧ, первая редакция)

$$u(C,y)/C = S_{xj(отн)}, \quad (Б.5)$$

где  $S_{xj(отн)}$  – относительное стандартное отклонение для массовой концентрации винилацетата в растворе  $j$ -ого уровня  $S_{xj(отн)}$

$$S_{xj(отн)} = \frac{S_{xj}}{x_j}. \quad (Б.6)$$

В качестве составляющих неопределенности, обусловленных построением градуировочного графика  $u(C,x)/C$  и  $u(C,y)/C$ , принимают максимальные из значений, полученных для каждого уровня массовой концентрации винилацетата в градуировочном растворе.

Суммарную относительную стандартную неопределенность градуировочной характеристики вычисляют по формуле

$$u_{ep} = \sqrt{u(C, x_i)^2 + u(C, y_i)^2}. \quad (Б.7)$$

### Б.3.2 Составляющие неопределенности, обусловленные повторяемостью результатов измерений и смещением

Учитывая, что результат измерения получают усреднением результатов двух параллельных измерений, оценку относительной стандартной неопределенности  $u_{Frep}$ , %, рассчитывают по формуле

$$u_{Frep} = \frac{\sigma_r}{\sqrt{2}}, \quad (Б.8)$$

где  $\sigma_r$  – показатель повторяемости, %.

Стандартная неопределенность, обусловленная смещением метода при извлечении винилацетата,  $u(Rec)/Rec$ , мг/дм<sup>3</sup>, равна

При  $t > t_{crit}$  неопределенность извлечения вычисляют по формуле

$$u(Rec) = \sqrt{\left(\frac{|1 - \overline{Rec}|}{t_{crit}}\right)^2 + u(\overline{Rec})^2}, \quad (Б.9)$$

при  $t < t_{crit}$  неопределенность извлечения вычисляют по формуле

$$u(Rec) = \frac{t_{crit} \cdot u(\overline{Rec})}{1,96}, \quad (Б.10)$$

где  $u(\overline{Rec})$  – стандартная неопределенность степени извлечения при  $P_o = 0$  вычисляют по формуле

$$u\overline{R_{\text{с}}^{\text{с}}} = \overline{R_{\text{с}}} \sqrt{\left(\frac{u(m)}{m}\right)^2 + \left(\frac{u(w)}{w}\right)^2 + \left(\frac{u(V_{\text{осн}})}{V_{\text{осн}}}\right)^2 + \left(\frac{u(V_{\text{раб}})}{V_{\text{раб}}}\right)^2 + \left(\frac{u(V_{\text{пр}})}{V_{\text{пр}}}\right)^2 + \left(\frac{u(V_1)}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{u(V_2)}{V_2}\right)^2 + \left(\frac{u(V_3)}{V_3}\right)^2 + \left(\frac{u(\bar{P})}{\bar{P}}\right)^2}, \quad (\text{Б.11})$$

где  $u(m)$  – стандартная неопределенность массы навески винилацетата, взятой для приготовления основного раствора, мг;

$m$  – масса винилацетата, взятого для приготовления основного раствора, мг;

$u(w)$  – стандартная неопределенность содержания винилацетата, используемого для приготовления основного раствора, %;

$w$  – содержание винилацетата в реагенте, %

$u(V_{\text{осн}})$  – стандартная неопределенность вместимости мерной колбы, взятой для приготовления основного раствора винилацетата, см<sup>3</sup>;

$V_{\text{осн}}$  – объем основного раствора, см<sup>3</sup>;

$u(V_1)$  – стандартная неопределенность объема аликвоты основного раствора, использованного для приготовления рабочего раствора винилацетата, см<sup>3</sup>;

$V_1$  – объем аликвоты основного раствора, использованного для приготовления рабочего раствора винилацетата, см<sup>3</sup>;

$u(V_{\text{раб}})$  – стандартная неопределенность вместимости мерной колбы, взятой для приготовления рабочего раствора винилацетата, см<sup>3</sup>;

$V_{\text{раб}}$  – объем рабочего раствора, см<sup>3</sup>;

$u(V_2)$  – стандартная неопределенность объема аликвоты рабочего раствора, взятого для добавки, см<sup>3</sup>;

$V_2$  – объем аликвоты рабочего раствора, взятого для добавки, см<sup>3</sup>;

$u(V_{\text{пр}})$  – стандартная неопределенность вместимости мерной колбы, взятой для приготовления пробы с добавкой, см<sup>3</sup>;

$V_{\text{пр}}$  – объем пробы с добавкой, см<sup>3</sup>;

$u(V_3)$  – стандартная неопределенность объема раствора пробы, взятого для анализа, см<sup>3</sup>;

$V_3$  – объем раствора пробы, взятого для анализа, см<sup>3</sup>;

$u(\bar{P})$  – неопределенность измеренной массовой концентрации винилацетата в пробах с добавкой, мг/дм<sup>3</sup>:

$$u(\bar{P}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n=16} (\bar{P} - P_i)^2}{n(n-1)}}. \quad (\text{Б.12})$$

### Б.3.3 Составляющие неопределенности, обусловленные пробоотбором и пробоподготовкой

Входная величина, связанная с пробоподготовкой:

– объем пробы, взятый для анализа,  $V_3$ , см<sup>3</sup>.

Влиянием колебания температуры в лаборатории в пределах  $\pm 5$  °С (в соответствии с требованиями настоящего стандарта) и объемным расширением жидкости пренебрегают, так как эти вклады в значение стандартной неопределенности незначительны.

Анализ входной величины, источником которой является процедура пробоподготовки, представлен в таблице Б.3.

**ГОСТ**

(проект, ВЧ, первая редакция)

Таблица Б.3 – Анализ входной величины, источником которой является процедура пробоподготовки

Входная величина	Анализ входной величины
Объем пробы, взятой для анализа, $V_3$ , см <sup>3</sup>	<p>Тип оценивания неопределенности: В          Вид распределения: треугольный          Значение оценки: <math>V_3 = 10</math> см<sup>3</sup>          Интервал, в котором находится значение входной величины: <math>\pm 0,1</math> см<sup>3</sup></p> <p>Стандартная неопределенность <math>u(V_3) = \frac{\Delta V_3}{\sqrt{6}}</math>          Относительная стандартная неопределенность <math>\frac{u(V_3)}{V_3} = \frac{\Delta V_3}{V_3 \sqrt{6}}</math></p>
Интервал возможных значений входной величины определяется пределами допускаемых отклонений вместимости используемой мерной посуды, в данном случае пипетки градуированной по ГОСТ 29227-91 номинальной вместимостью 10 см <sup>3</sup> , пределы допускаемой погрешности $\pm 0,1$ см <sup>3</sup>	

**Б.4 Результаты наблюдений**

В качестве образцов для исследования методики измерений используют:

- градуировочные растворы с различной массовой концентрацией винилацетата для установления градуировочных характеристик;
- модельные пробы водных вытяжек с внесенным раствором точной массовой концентрации винилацетата для установления показателей прецизионности и правильности.

**Б.4.1 Результаты наблюдений при построении градуировочного графика**

Расчет градуировочного графика проводят методом наименьших квадратов согласно [9].

Зависимость площади пика, устанавливаемой хроматографом, от массовой концентрации винилацетата в растворе, характеризуется прямой

$$y = a + b \cdot x, \quad (\text{Б.13})$$

где  $y$  – площадь пика, установленная хроматографом для массовой концентрации винилацетата в градуировочном растворе,  $\mu\text{A}\cdot\text{min}$ ; $x$  – массовая концентрация винилацетата в градуировочном растворе, мг/дм<sup>3</sup>; $a$  и  $b$  – коэффициенты регрессии, которые рассчитываются в соответствии с выражениями

$$a = \frac{\sum_{i=1}^N x_i^2 \sum_{i=1}^N y_i - \sum_{i=1}^N x_i \sum_{i=1}^N x_i y_i}{N \sum_{i=1}^N x_i^2 - \left( \sum_{i=1}^N x_i \right)^2}, \quad (\text{Б.14})$$

$$b = \frac{N \sum_{i=1}^N x_i y_i - \sum_{i=1}^N x_i \sum_{i=1}^N y_i}{N \sum_{i=1}^N x_i^2 - \left( \sum_{i=1}^N x_i \right)^2}, \quad (\text{Б.15})$$

где  $N$  – общее количество исследований,  $N = 25$ ;

$x_i$  – приписанное значение массовой концентрации винилацетата в  $i$ -том градуировочном растворе, мг/дм<sup>3</sup>;

$y_i$  – площади хроматографического пика для  $i$ -го градуировочного раствора.

Относительное стандартное отклонение для массовых концентраций винилацетата в растворе  $j$ -ого уровня  $S_{xj(\text{отн})}$

$$S_{xj(\text{отн})} = \frac{S_{xj}}{x_j}, \quad (\text{Б.16})$$

где  $S_{xj}$  – стандартное отклонение значения массовой концентрации винилацетата в растворе для  $j$ -ого уровня, мг/дм<sup>3</sup>, проводится по формуле

$$S_{xj} = \frac{S_o}{b} \sqrt{\frac{1}{N} + \frac{1}{p} + \frac{(c_j - \bar{c})^2}{\sum c_j^2 - (\sum c_j)^2 / N}} \quad (\text{Б.17})$$

Расчет остаточного стандартного отклонения (стандартного отклонения разности между экспериментальными и расчетными значениями площади хроматографического пика) производится по формуле

$$S_0 = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (y_i - y_j)^2}{N - 2}}, \quad (\text{Б.18})$$

где  $y_j$  – расчетное значение площади хроматографического пика для  $j$ -го градуировочного раствора, полученное по уравнению (Б.13).

#### Б.4.2 Результаты наблюдений при оценке неопределенности, обусловленной повторяемостью результатов измерений и смещением метода

По результатам внутрилабораторных исследований в условиях повторяемости определяют относительный показатель повторяемости  $\sigma_r$ , %

$$\sigma_r = \frac{S_r}{\bar{X}} \cdot 100, \quad (\text{Б.19})$$

где  $\bar{X}$  – среднее арифметическое результатов измерений массовой концентрации винилацетата, полученных в условиях повторяемости, мг/дм<sup>3</sup>;

100 – коэффициент для перевода в проценты;

$S_r$  – стандартное отклонение повторяемости, мг/дм<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

# ГОСТ

(проект, ВУ, первая редакция)

$$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^p (x_{i1} - x_{i2})^2}{2 \cdot p}}, \quad (\text{Б.20})$$

где  $x_{i1}, x_{i2}$  – результаты измерений, полученные в условиях повторяемости, мг/дм<sup>3</sup>;  
 $p$  – общее количество измерений.

По результатам внутрилабораторных исследований по оценке смещения метода определяют:

- величину степени извлечения метода,  $Rec_i$ , получали по формуле

$$Rec_i = \frac{P_i - P_0}{\gamma}, \quad (\text{Б.21})$$

где  $P_i$  – результат единичного определения массовой концентрации винилацетата в пробе с добавкой, мг/дм<sup>3</sup>;

$P_0$  – массовая концентрация винилацетата в пробе без добавки, мг/дм<sup>3</sup>;

$\gamma$  – массовая концентрация винилацетата, внесенного в пробу, мг/дм<sup>3</sup>.

Устанавливают среднюю степень извлечения по формулам

$$\overline{Rec_i} = \frac{(\overline{P} - P_0)}{\gamma} = \frac{\sum_{i=1}^{n=16} Rec_i}{n}, \quad (\text{Б.22})$$

где  $\overline{P}$  – среднее арифметическое результатов определения массовой концентрации винилацетата в пробах, мг/дм<sup>3</sup>, определяют по формуле

$$\overline{P} = \frac{\sum_{i=1}^{n=16} P_i}{n}, \quad (\text{Б.23})$$

где  $n$  – количество измеренных проб с добавкой ( $n = 16$ ).

## Б.5 Корреляция

Входные величины рассматривают как некоррелированные.

## Б.6 Коэффициенты чувствительности

Коэффициенты чувствительности принимают равными единице.

## Б.7 Бюджет неопределенности

Относительная суммарная стандартная неопределенность массовой концентрации винилацетата в водной вытяжке находится в соответствии с законом распространения неопределенностей через относительные стандартные неопределенности влияющих величин

$$u_c = \sqrt{(u_{Frep})^2 + \left(\frac{u(V_3)}{V_3}\right)^2 + \left(\frac{u(Rec)}{\overline{Rec}}\right)^2 + (u_{st})^2 + (u_{ep})^2}. \quad (\text{Б.24})$$

Бюджет неопределенности измерения массовой концентрации винилацетата в водных вытяжках представлен в таблице Б.4.

Таблица Б.4 – Бюджет неопределенности измерения массовой концентрации винилацетата в водных вытяжках

Название вещества	Источник неопределенности	Тип оценки	Относительная стандартная неопределенность, %
Винилацетат	Повторяемость результатов измерений массовой концентрации в пробе	A	$u_{Frep}$
	Смещение (извлечение)	A	$\frac{u(Rec)}{Rec}$
	Построение и использование градуировочной характеристики	A	$u_{er}$
	Объем пробы, взятой для анализа, $V_3$ , см <sup>3</sup>	B	$\frac{u(V_3)}{V_3}$
	Стандарт винилацетата		$u_{st}$

### Б.8 Расширенная неопределенность

Коэффициент охвата для нормального распределения при уровне доверия 95 % равен 2. Относительная расширенная неопределенность

$$U(X) = k \cdot u(X)/X = 2 \cdot u(X)/X. \quad (\text{Б.25})$$

### Б.9 Полный результат измерений

Результат измерения массовой концентрации винилацетата в водных вытяжках представляют в форме:

«Массовая концентрация винилацетата в водных вытяжках

\_\_\_\_\_ , составила  $(\bar{X} \pm U)$  мг/дм<sup>3</sup>,  $k = 2$ ,  $P = 0,95$ »,

где  $\bar{X}$  – результат измерений массовой концентрации винилацетата, мг/дм<sup>3</sup>, рассчитывается по формуле

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (\text{Б.26})$$

где  $X_1, X_2$  – значения массовых концентраций винилацетата в каждой из двух проб параллельных измерений в водных вытяжках, мг/дм<sup>3</sup>;

$U$  – расширенная неопределенность, мг/дм<sup>3</sup>, при коэффициенте охвата  $k = 2$  и вероятности охвата 0,95, рассчитывается по формуле

$$U = U(X) \cdot \bar{X} \cdot 0,01, \quad (\text{Б.27})$$

где  $U(X)$  – относительная расширенная неопределенность, %, согласно таблице 7;

**ГОСТ**

(проект, ВУ, первая редакция)

0,01 – коэффициент пересчета из процентов в доли единицы.

Значения массовой концентрации винилацетата и расширенной неопределенности указывают с округлением до первого знака.

**Приложение В**  
**(обязательное)**

**АЛГОРИТМ РАСЧЕТА И ОЦЕНИВАНИЯ НЕОПРЕДЕЛЕННОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ  
МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ВИНИЛАЦЕТАТА В ВОЗДУШНОЙ ВЫТЯЖКЕ**

**В.1 Измерительная задача:** Измерительная задача: измерение массовой концентрации винилацетата в диапазоне от 0,075 до 0,300 мг/м<sup>3</sup> в воздушной вытяжке из изделий из текстильных материалов и полимеров на основе винилацетата (далее – образцов), методом газовой хроматографии.

Измерение массовой концентрации винилацетата в воздушной вытяжке согласно методике измерений включает следующие операции:

- приготовление градуировочных растворов, используемых для построения градуировочного графика;
- установление градуировочной характеристики, выражающей зависимость площади хроматографического пика от массы винилацетата в растворе;
- подготовка проб к измерениям;
- хроматографирование на газовом хроматографе с двустадийным термодесорбером, кварцевой капиллярной колонкой и ПИД.

**В.2 Математическая модель измерения** массовой концентрации винилацетата в воздушной вытяжке  $X$ , мг/м<sup>3</sup>, с учетом оценки прецизионности и оценки смещения метода

$$X = \frac{G \cdot F}{V_0 \cdot Rec}, \quad (B.1)$$

где  $G$  – масса винилацетата в пробе, найденная по градуировочной характеристике, мкг;  
 $F$  – поправочный множитель, учитывающий разброс измеренных значений концентрации, в относительных единицах;  
 $V_0$  – объем отобранного воздуха, дм<sup>3</sup>;

$Rec$  – степень извлечения, в относительных единицах.

Значение оценки поправочных множителей  $F$  и  $Rec$  предполагают равным 1.

Перечень входных величин для оценки суммарной стандартной неопределенности представлен в таблице В.1.

Таблица В.1 – Входные величины для оценки суммарной стандартной неопределенности, единицы измерения, определение или описание

Входная величина	Единица измерения	Определение или описание
Составляющие неопределенности, обусловленные пробоотбором		
$V_0$	дм <sup>3</sup>	объем отобранного воздуха
Составляющие неопределенности, обусловленные повторяемостью результатов измерений и смещением		
$F$	-	поправочный множитель, учитывающий разброс измеренных значений массовой концентрации
$Rec$	-	степень извлечения

**ГОСТ**

(проект, ВУ, первая редакция)

Окончание таблицы В.1

Входная величина	Единица измерения	Определение или описание
Составляющие неопределенности, обусловленные проведением измерений		
$G$	мкг	масса винилацетата, найденная по градуировочной характеристике

Вклад объемного расширения жидкостей градуировочных растворов в относительные стандартные неопределенности вместимости мерной посуды был признан незначительным и не рассматривался.

### B.3 Анализ входных величин

Расчет неопределенности измерений проводят в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6, ГОСТ 34100.3-2017/ISO/IEC Guide 98-3:2008, [6], [7], [8].

Исходя из модели измерений и анализа измерительной процедуры, можно выделить следующие источники неопределенности массовой концентрации винилацетата в воздушной вытяжке:

- 1) объем отобранного воздуха, дм<sup>3</sup>;
- 2) неопределенность, обусловленная построением и использованием градуировочной характеристики;
- 3) неопределенность, обусловленная повторяемостью результатов измерений (случайные факторы);
- 4) неопределенность, обусловленная смещением метода.

#### B.3.1 Составляющие неопределенности, обусловленные пробоотбором

Входная величина, связанная с пробоотбором:

– объем отобранного воздуха  $V_0$ , дм<sup>3</sup>.

Анализ входных величин, источником которых является процедура пробоотбора, представлен в таблице В.2.

Таблица В.2 – Анализ входных величин, источником которых является процедура пробоотбора

Входная величина	Анализ входной величины
Объем воздуха, отобранный для анализа, $V_0$ , дм <sup>3</sup>	<p>Тип оценивания неопределенности: В          Вид распределения: треугольный          Значение оценки: <math>V_0</math>, дм<sup>3</sup>.</p> <p>Относительная стандартная неопределенность <math>\frac{u(V_0)}{V_0} = \sqrt{\frac{u^2(\vartheta)}{\vartheta^2} + \frac{u^2(\tau)}{\tau^2}}</math></p> <p>где <math>V_0 = \vartheta \cdot \tau</math>  <math>\vartheta</math> – объемный расход воздуха, дм<sup>3</sup>/мин  <math>\tau</math> – время отбора воздуха, мин.</p>

Окончание таблицы В.2

Входная величина	Анализ входной величины
Объемный расход воздуха $\vartheta$ дм <sup>3</sup> /мин	<p>Тип оценивания неопределенности: В Вид распределения: прямоугольный. Значение оценки <math>\vartheta_n</math>, дм<sup>3</sup>/мин Интервал, в котором находится значение входной величины: <math>\pm \Delta_\vartheta</math>, % Относительная стандартная неопределенность:</p> $\frac{u(\vartheta)}{\vartheta} = \frac{\Delta_\vartheta \cdot \vartheta_n}{\vartheta \cdot 100 \cdot \sqrt{3}}$ <p>Составляющую стандартной неопределенности, связанную с объемным расходом, определяют на основании информации о пределах допускаемой погрешности измерения расхода средства измерений, <math>\pm \Delta_\tau</math>, % согласно методике поверки автоматического пробоотборника воздуха</p>
Время отбора воздуха $\tau$ , мин	<p>Тип оценивания неопределенности: В Вид распределения: прямоугольный Значение оценки: <math>\tau_n</math>, мин Интервал, в котором находится значение входной величины: <math>\pm \Delta_\tau</math>, % Относительная стандартная неопределенность:</p> $\frac{u(\tau)}{\tau} = \frac{\Delta_\tau \cdot \tau_n}{100 \cdot \sqrt{3} \cdot \tau}$ <p>Составляющую стандартной неопределенности, связанную с временем отбора, определяют на основании информации о пределах основной относительной погрешности измерения времени <math>\pm \Delta_\tau</math>, % пробоотборника воздуха</p>

### В.3.2 Составляющие неопределенности, обусловленные построением градуировочного графика

Входная величина, связанная с проведением измерений:

– масса винилацетата, найденная по градуировочной характеристике  $G$ , мкг.

Анализ входных величин, источником которых является процедура проведения измерений, представлен в таблице В.3.

Таблица В.3 – Анализ входной величины, связанной с проведением измерений

Входная величина	Анализ входной величины
Входная величина: масса винилацетата, найденная по градуировочной характеристике $G$ , мкг	<p>Тип оценивания неопределенности: А Вид распределения нормальный Значение оценки: <math>G_n</math>, мкг Суммарная стандартная неопределенность: обусловлена неопределенностью построения градуировочного графика.</p>

Значение массы винилацетата в растворе,  $G$ , мкг, определяется по градуировочной характеристике, поэтому ее неопределенность обусловлена неопределенностью построения градуировочного графика.

К составляющим неопределенности, обусловленным построением градуировочного графика, относят:

– случайные эффекты, результатом которых являются неопределенности приписанных исходных значений массы винилацетата в 1 мм<sup>3</sup> градуировочных растворов;

## ГОСТ

(проект, ВУ, первая редакция)

– случайные колебания при измерении выходного сигнала.

Неопределенность  $u(G, x_i)$  массы винилацетата в пробе из-за неопределенности значения массы винилацетата в  $1 \text{ мм}^3$   $i$ -го градуировочного раствора можно определить по приближенной формуле

$$u(G, x_i) = \frac{u(x_i)}{N}, \quad (\text{B.2})$$

где  $u(x_i)$  – неопределенность приписанного значения массы винилацетата в  $1 \text{ мм}^3$   $i$ -го градуировочного раствора, мкг;

$N$  – количество градуировочных растворов (точек на графике).

Суммарную неопределенность из-за неопределенностей приписанных значений массы винилацетата во всех градуировочных растворах рассчитывают по следующей формуле

$$u(G, x) = \sqrt{\sum_{i=1}^N \left( \frac{u(x_i)}{N} \right)^2} \quad (\text{B.3})$$

Составляющую неопределенности, обусловленную случайными колебаниями выходного сигнала, рассчитывают по формуле

$$u(G, y)/G = S_{x(\text{отн})}, \quad (\text{B.4})$$

где  $S_{x(\text{отн})}$  рассчитывают по формуле (B.12).

В качестве составляющих неопределенности, обусловленных построением градуировочного графика  $u(G, x)/G$  и  $u(G, y)/G$ , принимают максимальные из значений, полученных для каждого уровня массы винилацетата в  $1 \text{ мм}^3$  градуировочного раствора.

### B.3.3 Составляющие неопределенности, обусловленные повторяемостью результатов измерений и смещением

Составляющую неопределенности, связанную с фактором сходимости (возможные расхождения между параллельными измерениями) с учетом того, что за результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных измерений, рассчитывают по формуле

$$u_{Fr} = \frac{\sigma_r}{\sqrt{2}}, \quad (\text{B.5})$$

где  $\sigma_r$  – относительное стандартное отклонение повторяемости, %, полученное по уравнению (B.15).

Стандартная неопределенность степени извлечения винилацетата,  $u(Rec)$ , равна

$$u(Rec) = \frac{t_{crit} \cdot u(\overline{Rec})}{1,96}, \quad (\text{B.6})$$

где  $u(\overline{Rec})$  – стандартная неопределенность степени извлечения при  $P_o = 0$  вычисляют по формуле

$$u(\overline{Rec}) = \overline{Rec} \sqrt{\left(\frac{u(m)}{m}\right)^2 + \left(\frac{u(w)}{w}\right)^2 + \left(\frac{u(V_{ocn})}{V_{ocn}}\right)^2 + \left(\frac{u(V_i)}{V_i}\right)^2 + \left(\frac{u(V_{ep})}{V_{ep}}\right)^2 + \left(\frac{u(V_B)}{V_B}\right)^2 + \left(\frac{u(P)}{P}\right)^2 + \left(\frac{u(V)}{V}\right)^2}, \quad (B.7)$$

где  $u(m)$  – стандартная неопределенность массы винилацетата, взятого для приготовления основного градуировочного раствора, г;  
 $m$  – масса винилацетата, взятого для приготовления основного градуировочного раствора, г;  
 $u(w)$  – стандартная неопределенность содержания винилацетата в реактиве, %;  
 $w$  – содержание винилацетата в реактиве, %;  
 $u(V_{ocn})$  – стандартная неопределенность объема основного градуировочного раствора, см<sup>3</sup>;  
 $V_{ocn}$  – объем основного градуировочного раствора, см<sup>3</sup>;  
 $u(V_i)$  – стандартная неопределенность объема аликовты основного градуировочного раствора, взятой для приготовления  $i$ -го градуировочного раствора, см<sup>3</sup>;  
 $V_i$  – объем аликовты основного градуировочного раствора, взятой для приготовления  $i$ -го градуировочного раствора, см<sup>3</sup>;  
 $u(V_{ep})$  – стандартная неопределенность вместимости мерной колбы, взятой для приготовления  $i$ -го градуировочного раствора, см<sup>3</sup>;  
 $V_{ep}$  – вместимость мерной колбы, взятой для приготовления  $i$ -го градуировочного раствора (объем  $i$ -го градуировочного раствора), см<sup>3</sup>;  
 $u(V_B)$  – стандартная неопределенность объема раствора пробы (объем пробы, вносимый на поверхность сорбента), см<sup>3</sup>;  
 $V_B$  – объем раствора пробы, (объем пробы, вносимый на поверхность сорбента), см<sup>3</sup>;  
 $u(\bar{P})$  – неопределенность измеренной концентрации винилацетата в образцах для исследования с добавками, мг/м<sup>3</sup>, равна

$$u(\bar{P}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n=16} (\bar{P} - P_i)^2}{n(n-1)}}, \quad (B.8)$$

$u(V)$  – стандартная неопределенность, объема воздуха, отобранного для анализа и приведенного к стандартным условиям  $V$ , дм<sup>3</sup>;  
 $V$  – объем отобранного воздуха, дм<sup>3</sup>.

## B.4 Результаты наблюдений

В качестве средств аттестации (образцов для исследования) методики измерений используют:

- градуировочные растворы с различной массой винилацетата в растворе для установления градуировочной характеристики;
- модельные пробы воздушных вытяжек для установления показателей прецизионности;
- модельные пробы воздушных вытяжек, с внесенным раствором точной массы винилацетата, для оценки показателя правильности.

### B.4.1 Результаты наблюдений при построении градуировочного графика

Расчет градуировочного графика проводят методом наименьших квадратов согласно п. 2.3.3.2 [9].

При построении градуировочного графика определяют:

- среднее значение площади пика  $\bar{y}_i$  для  $p$  измерений градуировочных растворов  $j$ -ого уровня;

# ГОСТ

(проект, ВУ, первая редакция)

– функциональную зависимость

$$y = b \cdot x + a, \quad (\text{B.9})$$

где  $y$  – площадь пика, установленная хроматографом для массы винилацетата в 1  $\text{мм}^3$  градуировочного раствора, мВ·с;

$x$  – масса винилацетата в 1  $\text{мм}^3$  градуировочного раствора, мкг;

$a$  и  $b$  – коэффициенты регрессии, которые рассчитываются в соответствии с выражениями

$$a = \frac{\sum_{i=1}^N x_i^2 \sum_{i=1}^N y_i - \sum_{i=1}^N x_i \sum_{i=1}^N x_i y_i}{N \sum_{i=1}^N x_i^2 - \left( \sum_{i=1}^N x_i \right)^2}, \quad (\text{B.10})$$

$$b = \frac{N \sum_{i=1}^N x_i y_i - \sum_{i=1}^N x_i \sum_{i=1}^N y_i}{N \sum_{i=1}^N x_i^2 - \left( \sum_{i=1}^N x_i \right)^2}, \quad (\text{B.11})$$

где  $N$  – общее количество исследований,  $N = 25$ ;

$x_i$  – приписанное значение массы винилацетата в 1  $\text{мм}^3$   $i$ -го градуировочного раствора, мкг;

$y_i$  – площадь пика  $i$ -го градуировочного раствора, мВ·мин.

– относительное стандартное отклонение массы винилацетата в градуировочном растворе  $j$ -го уровня  $S_{xi(\text{отн})}$

$$S_{xi(\text{отн})} = \frac{S_{xj}}{x_j}, \quad (\text{B.12})$$

где  $S_{xj}$  – стандартное отклонение значения массы винилацетата в растворе для  $j$ -ого уровня, мкг

$$S_{xj} = \frac{S_0}{b} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{\bar{y}_j^{-2}}{b^2 \sum x_j^2}}, \quad (\text{B.13})$$

где  $S_0$  – остаточное стандартное отклонение.

Расчет остаточного стандартного отклонения (стандартного отклонения разности между экспериментальными и расчетными значениями площади пиков) производится по формуле

$$S_0 = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (y_i - \bar{y}_j)^2}{N - 1}} \quad (\text{B.14})$$

где  $\bar{y}_j$  – расчетное значение площади пика для градуировочных растворов  $j$ -го уровня, мВ·мин;

$y_i$  – площадь пика  $i$ -го градуировочного раствора, мВ·мин.

#### **В.4.2 Результаты наблюдений при оценке неопределенности, обусловленной повторяемостью результатов измерений и смещением метода**

По результатам внутрилабораторных исследований в условиях повторяемости определяют относительное стандартное отклонение повторяемости  $\sigma_r$ , %,

$$\sigma_r = \frac{S_r}{\bar{X}} \cdot 100, \quad (\text{B.15})$$

где  $\bar{X}$  – среднее арифметическое результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, массовой концентрации винилацетата в воздушной вытяжке, мг/м<sup>3</sup>; 100 – коэффициент для перевода в проценты;

$S_r$  – стандартное отклонение повторяемости, мг/м<sup>3</sup>, вычисляют по формуле

$$S_r = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^p (x_{i1} - x_{i2})^2}{2 \cdot p}}, \quad (\text{B.16})$$

где  $x_{i1}, x_{i2}$  – результаты измерений, полученных в условиях повторяемости, массовой концентрации винилацетата, при  $i$ -ом наборе условий измерений, мг/м<sup>3</sup>;  $p$  – общее число измерений.

По результатам внутрилабораторных исследований по оценке смещения метода определяют:

– величину степени извлечения  $Rec_i$ , мг/м<sup>3</sup>,

$$Rec_i = \frac{P_i - P_0}{\gamma}, \quad (\text{B.17})$$

где  $\gamma$  – массовая концентрация винилацетата, внесенного в пробу, мг/м<sup>3</sup>;

$P_0$  – массовая концентрация винилацетата в пробе без добавки, мг/м<sup>3</sup>;

$P_i$  – результат измерения массовой концентрации винилацетата в пробе с добавкой, мг/м<sup>3</sup>.

#### **В.5 Корреляция**

Входные величины рассматривают как некоррелированные.

#### **В.6 Коэффициенты чувствительности**

Коэффициенты чувствительности принимают равными единице.

#### **В.7 Бюджет неопределенности**

Относительная суммарная стандартная неопределенность массовой концентрации винилацетата в воздушной вытяжке находится в соответствии с законом распространения неопределенностей через относительные стандартные неопределенности влияющих величин

$$u_c = \sqrt{(u_{Fr})^2 + (u_n)^2 + \left(\frac{u(Rec)}{Rec}\right)^2 + (u_{ep})^2 + (u_{st})^2} \quad (\text{B.18})$$

Бюджет неопределенности измерения массовой концентрации винилацетата в воздушной вытяжке представлен в таблице В.4.

Таблица В.4 – Бюджет неопределенности измерения массовой концентрации винилацетата в воздушной вытяжке

Влияющая величина	Значение оценки	Относительный вклад неопределенности, %
Повторяемость результатов измерений массовой концентрации в пробе	A	$u_{Fr}$
Отбор пробы	B	$u_n$
Смещение (извлечение)	A	$\frac{u(Rec)}{Rec}$
Построение и использование градуировочной характеристики	A	$u_{gr}$
Стандарт винилацетата		$u_{st}$

## B.8 Расширенная неопределенность

Коэффициент охвата для нормального распределения при уровне доверия 0,95 равен 2. Относительная расширенная неопределенность

$$U(X) = k \cdot \frac{u(X)}{X} = 2 \cdot \frac{u(X)}{X} \quad (B.19)$$

## B.9 Полный результат измерений

Результат измерения массовой концентрации винилацетата в воздушной вытяжке представляют в форме:

«Массовая концентрация винилацетата в воздушной вытяжке

\_\_\_\_\_ , составила ( $\bar{X} \pm U$ ) мг/дм<sup>3</sup>,  $k = 2$ ,  $P = 0,95$ »,

где  $\bar{X}$  – результат измерений массовой концентрации винилацетата, мг/м<sup>3</sup>, рассчитывается по формуле

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \quad (B.20)$$

где  $X_1, X_2$  – значения массовых концентраций винилацетата в каждой из двух проб параллельных измерений в воздушных вытяжках, мг/м<sup>3</sup>;

$U$  – расширенная неопределенность, мг/м<sup>3</sup>, при коэффициенте охвата  $k = 2$  и вероятности охвата 0,95, рассчитывается по формуле

$$U = U(X) \cdot \bar{X} \cdot 0,01, \quad (B.21)$$

где  $U(X)$  – относительная расширенная неопределенность, %, согласно таблице 7;

0,01 – коэффициент пересчета из процентов в доли единицы.

Значения массовой концентрации винилацетата и расширенной неопределенности указывают с округлением до трех знаков.

## **Библиография**

- [1] Санитарно-химические исследования изделий, изготовленных из полимерных и других синтетических материалов, контактирующих с пищевыми продуктами : инструкция 2.3.3.10-15-64-2005. – Введ. 01.03.2006. – Минск, 2005. – 98 с.
- [2] Гигиеническая оценка одежды для детей, подростков и взрослых : МУК 4.1/4.3.1485-03. – Введ. 2003-06-30. – М., 2003. – 17 с.
- [3] Методы оценки гигиенической безопасности отдельных видов продукции для детей: инструкция по применению № 016-1211. – Введ. 2011–12–15. – Минск, 2011. – 26 с.
- [4] Гигиеническая оценка тканей, одежды и обуви : Инструкция 1.1.10-12-96-2005. – Введ. 01.03.2006. – Минск, 2005. – 20 с.
- [5] Методические указания МУ 11-11-15 РБ 02 «Порядок и организация проведения гигиенической экспертизы производственной и специальной одежды. Показатели гигиенической безопасности и методы определения», утв. Главным государственным санитарным врачом Республики Беларусь 30.12.02 г
- [6] Руководство по выражению неопределенности измерения: пер. с англ./ под науч. ред. проф. В.А. Слаева. – СПб. : ГП ВНИИМ им. Д.И.Менделеева, 1999. – 134 с.
- [7] Примеры оценивания неопределенностей из различных областей измерений и испытаний: практ. пособие / Н.Ю. Ефремова, С.А. Качур. – Минск, 2006. – 60 с.
- [8] Руководство ЕВРАХИМ/СИТАК. Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях: пер. с англ. / под общ.ред. Л.А. Конопелько. – 2-е изд. – СПб : ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, 2002. – 149 с.
- [9] Физико-химические методы анализа: практ. Руководство / под ред. В. Б. Алексковского – Л.: Химия, 1988. – 373 с.

**ГОСТ**

(проект, ВУ, первая редакция)

УДК 661.741.149 : 543.544.3 (083.74)

МКС 71.040.50

---

Ключевые слова: винилацетат, изделия из текстильных материалов и полимеров на основе винилацетата, водная вытяжка, воздушная вытяжка, определение, газовая хроматография, равновесная паровая фаза, термическая десорбция, пламенно-ионизационный детектор

---

Директор научно-исследовательского  
института гигиены, токсикологии,  
эпидемиологии, вирусологии и  
микробиологии государственного  
учреждения «Республиканский центр  
гигиены, эпидемиологии и  
общественного здоровья»

С.И. Сычик

ИСПОЛНИТЕЛИ  
Зав. лабораторией  
хроматографических исследований

Т.П. Крымская

Младший научный сотрудник  
лаборатории хроматографических  
исследований

К.С. Лебединская

Младший научный сотрудник  
лаборатории хроматографических  
исследований

Д.В. Чеботкова